



Untersuchung der Schädigung der γ-TiAl Legierung während der Warmverformung

Diplomarbeit Daniel Prodinger

Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik

Betreuerin: Dipl.-Ing. Dilek Halici

Beurteilerin: Ass. Prof. Dr. techn. Maria Cecilia Poletti

Vorstand: Univ. - Prof. Dipl. - Ing. Dr. techn. Christof Sommitsch

Fakultät für Maschinenbau und Wirtschaftswissenschaften

Technische Universität Graz

Graz, April 2014

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Graz, April 2014

Daniel Prodinger

Statutory declaration

I declare that I have authored this thesis independently, that I have not used other than the declared sources/resources, and that I have explicitly marked all material which has been quoted either literally or by content from the used sources.

Graz, April 2014

Daniel Prodinger

Kurzfassung

Die intermetallischen y-Titanaluminid Legierungen sind sehr attraktive innovative Hochtemperaturleistungswerkstoffe für die Luftfahrt und die Automobilindustrie. Die Vorteile der y-Titanaluminid-Basislegierungen sind die hohe Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit bis zu einer Temperatur von 750°C sowie hohe spezifische Festigkeit und Steifigkeit. Die Nachteile der Titanaluminide sind die limitierte Duktilität und die Bruchzähigkeit bei Servicetemperatur. Die Warmverformung der Titanaluminide Einflussfaktoren wie die kann durch geringe Verformbarkeit (enges Verarbeitungsfenster), duktile Schädigung und Fließlokalisierung stark begrenzt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Warmverformung der nominalen TNM[™] TiAl-y Legierung untersucht. Die Schädigung der TNM[™] Legierung wurde im Labormaßstab mit Wärmebehandlungen und Druckversuchen bei festgelegten Temperaturen und Dehnraten mit der Gleeble®3800, thermomechanischer Simulator, analysiert. Die Einflüsse der Prozessparameter wie Temperatur, Dehnrate und Dehnung wurden während der Warmverformung auf die Schädigung analysiert. In dieser Arbeit wurden zwei unterschiedliche Temperatur-Zeit-Zyklen durchgeführt. Die erhaltenen Fließkurven wurden ausgewertet und die Entfestigungsmechanismen während des Verformungsprozesses wurden mit Hilfe der Metallographie analysiert und validiert. Die Schädigung wurde mit der Dehnratenempfindlichkeit und der metallographischen Untersuchung wie Gefügecharakterisierung und Makroaufnahmen metallographische Analyse der Mikrostruktur wurde korreliert. Die mittels Lichtmikroskopie (LIMI) und Rasterelektronenmikroskopie durchgeführt. Die niedrigen Temperaturen und hohen Dehnraten zeigten die meiste Schädigung in Form von Scherbändern, Rissen und Hohlräume. Die Risse und große Hohlräume konnten hauptsächlich am Rand der verformten Proben beobachtet werden. Zusätzlich sind Makrorisse für hohe Dehnraten und Temperaturen parallel zu der Verformungsachse und sind hauptsächlich im ausgebauchten Bereich der verformten Probe zu sehen. Die Risse bilden sich aufgrund der Zugspannungen während der Verformung. Die hohen Temperaturen und niedrigen Dehnraten zeigen Kriechporen in der Mitte der verformten Proben.

Abstract

Intermetallic γ -titanium aluminides alloys are high temperature materials for the aerospace and the automobile industry. The advantages of the γ -titanium aluminides based alloys are the oxidation and corrosion resistance up to a temperature of 750°C, and the specific strength and stiffness. The disadvantages of these aluminides are the limited ductility and toughness at service temperature. Furthermore the hot deformation of the titanium aluminides is strictly limited by narrow process window, damage and flow localization.

In this work the hot deformation behaviour of the nominal TNMTM γ –TiAl alloy is analysed. By means of compression tests by defined temperature and strain rates using a Gleeble®3800 thermomechanical simulator.

The influence of process parameters like temperature, strain rate and strain on stress and damage was analized for two different temperature time cycles. The obtained flow curves are evaluated and the softening during deformation is analysed and validated using metallography. The damage is correlated by the strain rate sensitivity and metallographic investigations such as microscopic and macroscopic recordings. The metallographic analysis of the microstructure is carried out by light optical and scanning electron microscopy.

The low temperatures and high strain rates reveal damage such as shear bands, cracks and pores. The cracks and the wedge cracks are mainly observed on the edge of the deformed samples. Additionally, macro-cracks are observed parallel to the deformation axis at high strain rates and low temperatures. These cracks are mainly in the bulged area of the deformed samples. The high temperatures and low strain rates resulted in creep pores in the center of the deformed samples.

Inhalt

1. Einle	itung6
2. Ziels	etzung
3. Stand	d der Technik
3.1. Ga	mma Titanaluminide
3.2. TN	M [™] 10
3.2.1.	Binäres Ti-Al Phasendiagramm
3.2.2.	Gefügetypen11
3.2.3.	Materialherstellung14
3.3. Pla	stizität15
3.3.1.	Fließkurven
3.3.2.	Dynamische Erholung
3.3.3.	Dynamische Rekristallisation
3.4. Du	ktile Schädigung22
3.4.1.	Scherbänder
3.5. De	hnratenempfindlichkeit
4. Expe	rimenteller Teil
4.1. Ma	terial
4.2. Gle	28 eble® 3800
4.2.1.	Probenkammer und Versuchsanordnung
4.2.2.	Temperaturmessung
4.2.3.	Versuchszyklen
4.3. Ve	suchsdurchführung und Schwierigkeiten
4.4. Me	tallographie und Mikroskopie43
5. Ergel	onisse und Diskussion46
5.1. Au	sgangszustand der TNM [™] -Legierung46
5.2. Ers	ter Zyklus
5.2.1.	Fließkurven des Ersten Zykluses
5.2.2.	Self heating
5.2.3.	Relative Entfestigung
5.2.4.	Max. Peakspannung

5	.3.	Gef	fügeuntersuchungen	53
	5.3.	1.	Unverformte Mikrostruktur nach Wärmebehandlung	53
	5.3.	2.	Verformte Proben	56
	5.3.	3.	Dehnratenempfindlichkeit (strain rate sensitivity)	57
	5.3.	4.	Schädigungsanalyse	59
5	.4.	Zwe	eiter Zyklus	61
	5.4.	1.	Fließkurven des Zweiten Zykluses	61
	5.4.	2.	Self heating	62
	5.4.	3.	Relative Entfestigung	64
	5.4.	4.	Max. Peakspannung	65
5	.5.	Gef	fügeuntersuchung	66
	5.5.	1.	Verformte Proben	66
	5.5.	2.	m - Karten	68
	5.5.	3.	Schädigungsanalyse	69
6.	Z	usar	mmenfassung und Schlussfolgerungen	72
Zwo	ei Te	mpe	eratur-Zeit Zyklen	72
F	ließl	kurv	en	73
K	orre	latio	on der m-Karten mittels der Metallographie	73
7.	Α	usb	lick	75
8.	A	bbil	dungsverzeichnis	76
9.	т	abel	lenverzeichnis	79
10.	L	itera	nturverzeichnis	80

1. Einleitung

Intermetallische gamma Titanaluminide sind innovative Hochleistungswerkstoffe und zeigen hohes Potential die doppelt schweren Nickelbasissuperlegierungen, in Einsatzgebieten (z.B.Turbinenschaufeln) bei hohen Temperaturen, in Zukunft zu ersetzen. Die gamma Titanaluminide finden Anwendung in der Luftfahrt und Automobilindustrie. Die gamma Titanaluminid-Basislegierungen kennzeichnen sich durch eine hohe Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit bis zu einer Temperatur von 750°C. Weitere Vorteile sind die hohe spezifische Festigkeit und Steifigkeit. Die Nachteile der Titanaluminide sind die geringe Duktilität und die Bruchzähigkeit bei Servicetemperatur. Die Warmverformung der Titanaluminide wird durch die geringe Verformbarkeit (enges Verarbeitungsfenster), duktile Schädigung und Fließlokalisierung stark begrenzt [1,2,3].

Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchte nominale TNM[™] Legierung, wird der dritten zugeordnet und die Legierungsgeneration Abkürzung TNM steht für die Legierungselemente Titan, Niob und Molybdän. Niob und Molybdän sind Stabilisatoren für die β-Phase und das Legierungselement Bor ermöglicht eine Verfeinerung des Gefüges [4]. Die TNM-Legierung bietet den Vorteil, dass während des Umformprozesses ein genügend hoher Anteil der gut verformbaren kubischraumzentrierten ungeordneten β-Phase vorhanden ist, jedoch die sich bei niedrigen Temperaturen (T<1000°C) vollkommen auflöst oder einen sehr kleinen Volumprozent soll die annimmt. Dies aute Umformbarkeit verbessern [5]. Die Legierungszusammensetzung und die Mikrostruktur haben einen enormen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Legierung. Ein bedeutender Vorteil der Titanaluminide ist, dass durch gezielte thermomechanische Behandlungen sich verschiedene Gefügemodifikationen somit auch das Eigenschaftsprofil der TiAl-Legierung einstellen können. Die vier Grundtypen an Gefügen sind das volllamellare Gefüge, großteils lamellare Gefüge, Duplex-Gefüge und globulare Gefüge. Ein Near Gamma- und Duplex-Gefüge besitzen gute Festigkeits- und Duktilitätseigenschaften, jedoch eine geringe Kriechfestigkeit und Bruchzähigkeit. Im Gegensatz, besitzt das vollamellare Gefüge hohe Kriechfestigkeiten [4, 5].

2. Zielsetzung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit werden durch thermomechanische Verformungsprozesse und Wärmebehandlungen an der Gleeble@3800, bei Prozessparametern unterschiedlichen (Temperatur und Dehnrate), das Verformungsverhalten (Fließkurven) und die Schädigung (m-Karten, Schliffbilder) der TNM[™]-Legierung ermittelt. Während der Verformung können verschiedene Entfestigungsmechanismen (Erholung und Rekristallisation) und Schädigungsprozesse (Poren, Risse, Scherbänder) stattfinden. Das Hauptziel der Arbeit ist die Analyse der Schädigung aufgrund der Verformung, der nominalen TNMTM Legierung für zwei unterschiedliche Temperatur-Zeit Zyklen. Dabei sind die erhaltenen Daten der Versuche an der Gleeble@3800, zur Erstellung der Fließkurven auszuwerten und in weiterer Folge daraus die Dehnratenempfindlichkeit (m) zu errechnen (m-Karten). Parallel dazu sind die Versuche in der Metallographie zu präparieren und mit LIMI und REM zu analysieren. Anschließend kann mit den Ergebnissen aus Metallographie eine Schädigungsanalyse durchgeführt und mit den m-Karten verglichen werden. Damit kann eine Schlussfolgerung und Zusammenfassung getroffen werden über den Zusammenhang des Einflusses der Verformungsparameter und Schädigung.

3. Stand der Technik

3.1. Gamma Titanaluminide

Titanaluminide (y-TiAl) sind intermetallische Verbindungen, die zwischen Metallen und keramischen Legierungen einzuordnen sind. Die anfängliche Entwicklung von Titanaluminidlegierungen war eine einphasige globulare γ-Legierung mit 45-49 at.% Al-Gehalt. Aufgrund der schlechten Eigenschaften (Duktilität und Bruchzähigkeit bei Raumtemperatur) und sehr schwierigen Verarbeitbarkeit wurde diesem Werkstoff nur wenig Bedeutung beigemessen. In der nächsten Entwicklungsstufe (Entwicklung der ersten Legierungsgeneration) wurde eine zweiphasige Legierung entwickelt. Diese Legierung bestand zum größten Teil aus y-TiAl und einem geringen Anteil an a₂ Wobei Legierung den Anforderungen (Oxidationsbeständigkeit, jedoch auch diese Herstellungsprozess) nicht gerecht wurde. Bei der nächsten Legierungsgeneration (zweite Legierungsgeneration), wurde um Eigenschaften bei höheren Temperaturen zu verbessern, vor allem neue Wege bei der Herstellung beschritten. Diese Legierungsgeneration wurde mittels Gießverfahren hergestellt. Die heute bekannte Legierungsgeneration (dritte Legierungsgeneration) war der nächste Entwicklungsschritt. Hierbei wurden vor allem durch Zugabe von Legierungselementen und neuen Methoden bei der Herstellung (Gießverfahren) ein Gefüge mit ausgezeichneten Eigenschaften bei hohen Temperaturen und feinkörniger Struktur erreicht. In Abbildung 1 wird der Einfluss der unterschiedlichen Legierungselemente auf die mechanischen Eigenschaften von Titanaluminiden gezeigt [12].



Abbildung 1: Einfluss von Legierungselementen in Titanaluminid-Legierungen [6]

Intermetallische γ-TiAl Phasen haben im Vergleich zu anderen Strukturwerkstoffen wie Nickelbasissuperlegierungen eine bessere Kriechfestigkeit, Korrosionsbeständigkeit, geringe Dichte und eine hohe spezifische Festigkeit bei hohen Temperaturen (> 650°C). In Abbildung 2 ist die spezifische Festigkeit über der Temperatur verschiedener Werkstoffe dargestellt [1, 12]



Abbildung 2: Spezifische Festigkeit über Temperatur verschiedener Strukturwerkstoffe [12]

3.2. TNM[™]

3.2.1. Binäres Ti-Al Phasendiagramm

Die Titanaluminid Legierung TNMTM, die in dieser Arbeit untersucht wurde, ist die dritte Legierungsgeneration und gehört zu den Hochtemperaturleistungswerkstoffen. In Abbildung 3 ist das binäre Ti-AI Phasendiagramm dargestellt. Der gelb markierte Bereich hat einen Aluminiumanteil von 43-44 at%. In diesem gelb unterlegten Bereich kommen die intermetallischen Phasen γ -TiAI und α_2 -Ti₃AI, sowie die hexagonale α -Ti Phase, die kubisch-raumzentrierte ungeordnete β -Ti Phase und die β_2 -Phase. Die rot ausgezogene Linie im gelben Bereich ist die α -Transuslinie. Entlang dieser Linie scheidet sich die γ -Phase aus der α -Phase aus. Die blau eingezeichnete Linie entspricht der Eutektoidtemperatur. Hier kommt es zu einer Phasenumwandlung von $\alpha \rightarrow \alpha_2$ [7].



Abbildung 3: Binäres Ti-Al Phasendiagramm mit den intermetallischen Phasen γ -TiAl und α_2 -Ti₃Al, sowie der α -Ti Phase, der β -Ti Phase und der B₂-Ti Phase [7]

Titanaluminide zeichnen sich nicht nur durch eine hohe Festigkeit bis 800°C sondern auch einer geringen Dichte aus. Unterschiedliche mechanische Eigenschaften der Titanaluminide können durch gezielte Wärmebehandlungen eingestellt werden. Diese Legierungsgeneration zeichnet sich durch eine höhere Streckgrenze, höhere Kriechfestigkeit und eine höhere Oxidationsbeständigkeit als die Legierungsgenerationen davor aus. Die bisherigen Einsatzbereiche dieser Legierung sind beispielsweise in der Luftfahrt als Werkstoff für Turbinenschaufeln oder in der Automobilindustrie für Ventile [9, 10].

3.2.2. Gefügetypen

Durch geeignete Wärmebehandlung des Primärgefüges, können unterschiedliche Gefügetypen mit unterschiedlichen Eigenschaften erreichet werden. Dabei sind hauptsächlich vier Gefügetypen, deren Wärmebehandlung in erster Linie im Zweiphasenfeld α + γ stattfindet von technischer Bedeutung. Das Zweiphasenfeld ist begrenzt nach unten durch die Eutektoidtemperatur und nach oben durch die Alpha-Transustemperatur.



Abbildung 4: Phasendiagramm und Gefügestruktur einer γ-TiAl Legierung (43-50 at.%) bei unterschiedlicher Wärmebehandlung: (a) Volllamellares Gefüge. (b) Großteils Lamellares Gefüge, (c) Globulares Gefüge (d) Duplex Gefüge [8] T4: Hierbei handelt es sich um ein volllamellares α_2/γ -Gefüge. Durch eine Wärmebehandlung oberhalb der α -Transuslinie und schnelle Abkühlung durch das $\alpha+\gamma$ -Gebiet, kommt es zu volllamellaren α_2/γ -Gefüge. Diese Wärmebehandlung ermöglicht eine verbesserte Kriechfestigkeit und eine gute Bruchzähigkeit, aber es ergibt sich eine Abnahme der Festigkeit und Duktilität bei Servicetemperatur.

T3: Bei einer Wärmebehandlung, die etwas unter der α -Transuslinie stattfindet, entsteht eine fast lamellare Gefügestruktur. Dabei besteht das Gefüge vorwiegend aus den lamellaren α_2/γ -Phasen und globularen γ -Phase.

T2: Bei einer Wärmebehandlung, die bei einer Glühtemperatur bis in etwa zur Mitte des α + γ -Gebietes reicht, wird durch anschließend langsames Abkühlen, ein sogenanntes Duplex-Gefüge erreicht. Dabei besteht die Gefügestruktur in etwa zu gleichen Teilen aus lamellaren und globularen Körner. Dadurch wird eine Gefügestruktur gebildet, die bei den meisten mechanischen Eigenschaften mit Ausnahme der Kriechfestigkeit und Bruchzähigkeit große Vorteile gegenüber einem lamellaren Gefüge aufweist.

T1: Bei einer Wärmebehandlung die noch über der Eutektoidtemperatur liegt, entsteht ein Gefüge, der Großteil aus globularen γ-Körner besteht.

Zusammengefasst sind die vier wichtigen Gefügetypen in Tabelle.1 tabellarisch nochmals dargestellt

Tabelle.1: Zusammenfassung der vier wichtigen Gefügestrukturen bei gezielter Wärmebehandlung [8]

			Auswirkung der Wärmebehandlung	
Gefüge- struktur	Beschreibung	Glühtemp.	Vorteile	Nachteile
Volllamellares Gefüge	besteht aus großen Körnern, volllamellaren Gefügestruktur	oberhalb der α- Transuslinie	höhere Kriechfestigkeit, höhere Bruchzähigkeit	Festigkeit und Duktilität sinkt bei Raumtemperatur
Großteils lamellares Gefüge	großteils Lamellar, mit feinen globularen γ - Körnern an den Korngrenzen	knapp unter der α- Transuslinie	gute Kriechfestigkeit, gute Bruchzähigkeit	Ähnlich wie volllamellares Gefüge
Duplex Gefüge	kleine Körner, in etwa gleichen Teilen aus α ₂ /γ- Körner und globularen γ- Körner	Glühtemp. etwa Mitte Zweiphasen- gebiet	Zugfestigkeit und Duktilität	schlechte Kriechbeständig- keit und Bruchzähigkeit
Globulares Gefüge	besteht großteils aus globularen γ - Körnern mit geringen Anteilen an α ₂ /γ-Körner	knapp unter der Eutektoid- temperatur	gute Duktilität bei höheren Temperaturen	Ähnlich wie volllamellares Gefüge

3.2.3. Materialherstellung

In Abbildung 5 ist schematisch der Herstellungsprozess von Titanaluminiden dargestellt. Die Herstellung von Titanaluminid beginnt mit einem mehrfachen Vakuum-Lichtbogenumschmelzprozess (VAR-Prozess), wobei zusätzlich Strom induziert wird, wodurch sich eine bessere chemische Homogenität ergibt. Um Gussporositäten zu vermeiden wird das Material anschließend heiß-isostatisch gepresst (HIP). Da das Primärgefüge noch nicht geeignet ist um direkt weiterverarbeitet zu werden, wird anschließend das Primärgefüge mit Strangpressen umgeformt oder mit isothermen Schmieden weiterverarbeitet. Damit wird ein feinkörniges und rekristallisiertes Gefüge erreicht. Dadurch stellt sich eine feinere Gefügestruktur ein. [9, 10].



Abbildung 5: Herstellungsprozess von Titanaluminiden (VAR-Prozesses (Vacuum arc remelting) und isothermer Schmiedeprozess) [11]

In Abbildung 6 sind verschiedene Herstellungsverfahren für γ-TiAl, mit den einzelnen aufeinanderfolgenden Bearbeitungsschritten dargestellt.



Abbildung 6: Herstellungsverfahren für γ-TiAl – IM: Ingotmetallurgie, PM: Pulvermetallurgie, HIP: Heißisostatisches Pressen, DB: Diffusion bonding, SPF: Superplastische Formgebung, NNS: Near-Net Shape [12]

3.3. Plastizität

3.3.1. Fließkurven

Die Fließspannung k_f aufgetragen über den Umformgrad wird als Fließkurve bezeichnet und stellen einen Zusammenhang zwischen Werkstoff und Verformungsprozess dar. Die erforderliche Spannung, die zum Einleiten/Aufrechterhalten des plastischen Fließens und zur Überwindung der Verfestigung aufgebracht werden muss, wird als Fließspannung k_f bezeichnet. Die Fließspannung ist hauptsächlich von Verformungsgrad, Verformungsgeschwindigkeit und Werkstoff (Kristallart und Kristallorientierung) abhängig (siehe Abbildung 7).



Abbildung 7: Abhängigkeit der Fließspannung von Verformungsgrad, Verformungsgeschwindigkeit und Verformungstemperatur [13, 14]

Zu Beginn der Umformung ist die Fließkurve durch eine Verfestigung gekennzeichnet. Bei der Umformung eines Werkstoffes beginnen Versetzungen zu wandern. Dies führt zu einer erhöhten Versetzungsdichte und zum plastischen Fließen im Werkstoff. Dabei behindern sie die Versetzungen gegenseitig oder stauen sich an Korngrenzen. Dies führt zu einer Verfestigung und Abnahme der Duktilität des Werkstoffes.



Abbildung 8: Fließkurven bei konstanter Versuchstemperatur mit unterschiedlichen Dehnraten [15]

Nach Erreichen der größten Spannung, ist der weitere Verlauf der Fließkurve durch ein Absinken der Spannung gekennzeichnet (siehe Abbildung 8). Dieses Absinken kann durch Entfestigungsprozesse, Schädigung, dynamische Phasenumwandlungen und Instabilitäten während der Verformung verursacht werden. Bei Werkstoffen mit einer geringen Stapelfehlerenergie, ist neben der dynamischen Erholung, die dynamische Rekristallisation der hauptsächliche Entfestigungsmechanismus. Die Korngröße hat auch einen großen Einfluss auf die dynamische Rekristallisation. Bei einem Ausgangsgefüge mit kleinen Körnern, ist die Keimstellendichte für die dynamische Rekristallisation größer und kann früher einsetzen. Dadurch verschiebt sich die maximale Peakspannung bei gleich bleibenden Bedingungen zu einem kleineren Umformgrad [13, 14].

3.3.2. Dynamische Erholung

Dynamische Erholung ist ein Entfestigungsvorgang während der Verformung. Die dynamische Erholung führt zu einem Abbau der durch Verformung hervorgerufenen Eigenschaften (mechanische und elektrische Eigenschaften). Durch thermisch aktivierte Platzwechselvorgänge im Gitter, kommt es durch Entfestigung zu einer Erholung des Materials. Durch plastische Verformung kommt es zu Versetzungsbewegungen im Material. Diese Versetzungen stauen sich an Gitterfehler, Ausscheidungen oder Korngrenzen. Die gespeicherte Energie im Werkstoff ist die treibende Kraft für die dynamische Erholung und Rekristallisation. Die elastischen Spannungen um Versetzungen, sind dabei die treibenden Kräfte für die Bewegung der Versetzungen. Bei der dynamischen Erholung, führen hohe Temperaturen, während einer Warmverformung, zu einer Erhöhung der Mobilität der Versetzungen. Bei hohen Temperaturen können Versetzungen durch Einsetzen von Diffusion durch Quergleiten (Schraubenversetzungen) oder Klettern (Stufenversetzungen) auch die Gleitebenen wechseln, oder den Kristall verlassen. Die Versetzungen können sich in einem Kristall gegenseitig auslöschen, wenn gleich viele Versetzungen mit dem gleichen Burgersvektor, aber mit entgegengesetztem Vorzeichen vorkommen (Annihilation) [19, 13, 16, 17].



Abbildung 9: Schematische Darstellung von Annihilation von Versetzungen [18]

Dadurch kann sich ein Kristall vollständig erholen (siehe Abbildung 9). Sind in einem Kristall nicht gleich viele Versetzungen mit entgegengesetztem Burgersvektor vorhanden, kann Polygonisation (sieh Abbildung 10) auftreten. Dabei löschen sich Versetzungen mit entgegengesetztem Burgersvektor aus und die übrigen Versetzungen ordnen sich zu einer energetisch günstigeren Substruktur. [19].



Abbildung 10: Schematische Darstellung von Polygonisation bei der dynamischen Erholung [18]

Versetzungs-Bewegungen

 Gleiten von Stufenversetzungen in Gleitebene 		Plastizität
+ <u>Quergleiten</u> von Schraubenver- setzungen in andere Gleitebene		Plastizität Entfestigung
+ <u>Klettern</u> von Stufenversetzun- gen in andere Gleitebene	<u>+</u>	Hochtemperatur- Plastizität Entfestiauna

Versetzungs-Reaktionen

 <u>Multiplikation</u> von Versetzungen aus Versetzungsquellen 		Plastizität Verfestigung
+ <u>Abstoßen</u> von Versetzungen gleichen Vorzeichens	_⊥	Verfestigung
 <u>Auslöschen</u> von Versetzungen ungleichen Vorzeichens 		Entfestigung
+ <u>Aufstauen</u> von Versetzungen an Hindernissen	<u> </u>	Verfestigung
+ <u>Schneiden</u> von Versetzungen	◆ ↓ ◆ ↓ ↓ ◆	Verfestigung

Abbildung 11: Zusammenstellung von Versetzungsbewegungen und Auswirkungen [18]

In Abbildung 11 sind Versetzungsbewegungen die durch Verformung entstehen können und ihre Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften dargestellt. Für die dynamische Erholung sind bei höheren Temperaturen das Quergleiten und Klettern von großer Bedeutung. Klettern und Quergleiten hängt unter anderem auch stark von der Stapelfehlerenergie des Materials ab d.h. Materialien mit einer hohen Stapelfehlerenergie zeigen eine starke Erholung [16, 18].

3.3.3. Dynamische Rekristallisation

Unter dynamischer Rekristallisation wird das Entstehen und Wandern von Großwinkelkorngrenzen verstanden. Durch Keimbildung und Kornwachstum entsteht

ein neues versetzungsarmes Gefüge. Als Auslöser für die dynamische Rekristallisation sind prozessbedingte Parameter wie Verformungsgrad, Temperatur und Dehnrate hauptausschlaggebend. Materialabhängige Parameter, durch die die dynamische Rekristallisation beeinflusst wird, sind Legierungsgehalt (Fremdatome), Korngröße (Ausgangszustand), Werkstoff, Ausscheidungszustand. Weiters charakteristisch für die dynamische Rekristallisation ist der Einfluss der Stapelfehlerenergie. Werkstoffe die eine niedere Stapelfehlerenergie besitzen, fällt ab einem gewissen Wert die Fließspannung ab. Bei Werkstoffe mit einer niedrigen Stapelfehlerenergie, entsteht durch Rekristallisation ein feinkörnigeres Gefüge [20, 17,19]



Abbildung 12: Entfestigungsmechanismen statisch/dynamisch [20]

Abbildung 12 zeigt dynamische/statische Rekristallisation und Erholung während eines Warmwalzprozesses. Die dynamische Rekristallisation findet während der Verformung statt [20]. Die Keimbildung für die Gefügeneubildung bei der dynamischen Rekristallisation ist ähnlich der statischen Rekristallisation. Unterschiedlich dabei ist die entstehende Substruktur in den rekristallisierten Körnern, da dadurch die Keimbildung (kritischer Keimradius) und der weitere Kornwachstum vermindert wird. Zur Keimbildung kommt es an Stellen großer Versetzungsdichte, Gitterfehlern oder Korngrenzen. Bei Keimbildung an den Korngrenzen, kann es bei der dynamischen Rekristallisation zu eine Halsketten-Struktur (siehe Abbildung 13) Ausbildung kommen [21, 19]



Abbildung 13: Ausbildung einer Halskettenstruktur bei der dynamischen Rekristallisation; (a)-(c) Ausbildung einer feinen Kornstruktur (hohe Fließspannungen); (d) grobe Kornstruktur (niedere Fließspannungen) [21]

3.4. Duktile Schädigung

Duktile Schädigung ist ein Schädigungsmechanismus in der Mikrostruktur des Werkstoffes, die zur Ausbildung und Einleitung eines duktilen Risses bis hin zu Makro-Rissen und dem endgültigen Versagen des Werkstoffes führen kann. Charakteristisch für die duktile Schädigung/duktilen Bruch ist eine hohe plastische Verformung mit einem hohen Energieaufwand. In Metallen können Schädigungen in Form von Poren, Rissen, Einschlüssen oder Ausscheidungen vorkommen. Dabei werden bei weiterer Belastung des Werkstoffes, der weitere Schädigungsverlauf von unterschiedlichen Faktoren, die auf diese bereits bestehenden Schädigungen wirken beeinflusst. Die wichtigsten Einflussfaktoren dabei sind das Matrixmaterial, Größe, Verteilung und Lage der Schädigungen. Bei einer Belastung die nur eine elastische Verformung verursacht, ist keine Änderung der Schädigung zu erwarten. Bei plastischer Verformung des Materials, kommt es zu irreversiblen Veränderungen innerhalb der Materialstruktur. Dabei können die Vorgänge der duktilen mikromechanischen Schädigung, in drei unterschiedliche Phasen klassifiziert werden – Bildung - Wachstum - Vereinigung von Hohlräumen [22, 23].

1) Bildung:

Hohlräume sind zumeist in Werkstoffen bereits im Ausgangsgefüge vorhanden oder bilden sich bevorzugt an Punkt mit hoher Spannungskonzentration (Inhomogenitäten, Korngrenzen, Ausscheidungen und Einschlüssen). Dabei kommt es zum Loslösen eines Teilchens. Dies ist stark von den gegenseitigen Bindungskräften, der Teilchengröße und der Mehrachsigkeit der Belastung abhängig. Je größer ein Teilchen ist, umso leichter kann ein Hohlraum entstehen. Desto geringer die Bindungskräfte zwischen den Teilchen und dem Grundmaterial ist, umso leichter kann das Teilchen sich loslösen. Von je mehr Seiten das Teilchen belastet wird (Mehrachsigkeit) umso größer ist die Wahrscheinlichkeit, dass sich ein Hohlraum bildet. Weiters hängt dies auch stark von der geometrischen Form des Teilchens und der plastischen Verformbarkeit ab [22, 23].

2) Hohlraumwachstum:

Das Hohlraumwachstum, ist unter anderem von Größe, Form der beteiligten Teilchen und plastischen Verformungen abhängig. Begünstig wird das Hohlraumwachstum vor allem bei weiterer mehrachsiger Belastung mit Zugbeanspruchung. Eine einachsige Zugbeanspruchung, führt zu Hohlräumen die in die Länge gezogen sind. Jedoch führt eine mehrachsige Beanspruchung zu einem schnellen Hohlraumwachstum. Bei einer mehrachsigen Belastung, nimmt die plastische Verformbarkeit ab und kann in weiterer Folge zum Bruch des Werkstückes führen [22, 23].

3) Vergrößerung von Hohlräumen:

Bei weiteren Wachsen der Hohlräume, kommt es schlussendlich zur Vereinigung von zwei oder mehreren Hohlräumen. Dabei wird der Bereich (Werkstoffbrücken) zwischen den Poren (der höchstbeanspruchte Bereich) lokal eingeschnürt und bricht schlussendlich auf. Dies kann zur Bildung eines Makrorisses führen[22, 23].



Abbildung 14: Darstellung der drei Schritten der duktilen Schädigung [24]

3.4.1. Scherbänder

Scherbandbildung ist ein Mechanismus der auf die thermischen Entfestigungsvorgänge von Werkstoffen bei großer Verformungsgeschwindigkeit zurück zu führen ist. Das Grundlegend dabei ist, dass die entstandene Wärme bei schneller Verformung, nicht schnell genug aus der Probe (auch von Probengeometrie abhängig) abgeführt werden kann. Zwar wird ein Teil dieser Wärme abgeführt, jedoch der größte Teil kann nicht schnell genug abgeführt werden. Für das Bilden eines Scherbandes ist zumeist eine Druckspannung kombiniert mit hoher Verformungsgeschwindigkeit erforderlich. Auf die Bildung eines Scherbandes gibt es eine Vielzahl an Einflussfaktoren. Diese sind in Abbildung 15 dargestellt [25].



Abbildung 15: Einflussparameter auf die adiabatische Scherbandbildung [25]

Die Temperatur ist der größte Einflussfaktor, der den Werkstoff von außen beeinflusst. Jedoch ist dies wiederum abhängig von der Gitterstruktur des Werkstoffes. Eine Temperaturerhöhung bringt allgemein eine Steigerung der Verformungsfähigkeit mit sich. Jedoch kann die Verformungsfähigkeit dadurch auch verringert werden, wenn es dadurch zur Bildung von Ausscheidungen oder zu Phasenumwandlungen kommt [25].

3.5. Dehnratenempfindlichkeit

Die Dehnratenempfindlichkeit in Gleichung 1 beschreibt die Änderung der Spannung σ mit der Variation der Dehnrate $\dot{\varepsilon}$ für eine konstante Temperatur T und Dehnung ε . Die Dehnratenempfindlichkeit m ist eine dimensionslose Größe. Ein m > 0 könnte auf ein stabiles Fließverhalten hindeuten und m hoch bedeutet gute Verformbarkeit, da auch thermisch definierte Prozesse stattfinden können wie Rekristallisation und Erholung. Ein m < 0 wird als Instabilitäten und Schädigung interpretiert (siehe blauer Pfeil in Abbildung 16).

$$m = \left[\frac{\partial (\ln \sigma)}{\partial (\ln \dot{\epsilon})}\right]_{\epsilon,\mathrm{T}}$$
 Gleichung (1)

In Abbildung 16 ist eine m-Karte für eine extrudierte Magnesium-Legierung dargestellt. Aus Abbildung 16 wird ersichtlich, dass ein negativer m-Wert für die schnellste Dehnrate und niedrigste Temperatur vorliegt (siehe blauer Pfeil). Die grünen Pfeile zeigen Bereiche mit hohen Werten wie z.B. hohe Temperaturen und niedrige Dehnraten. In diesen Bereichen bzw. bei diesen Prozessparametern sollte eine gute Verformbarkeit möglich sein.



Abbildung 16: m-Karte für die Magnesium Legierung Mg-4Al-2Ba-2Ca bei einer wahren Dehnung von 0.3 [15]

4. Experimenteller Teil

Der experimentelle Teil der vorliegenden Arbeit befasst sich mit der Untersuchung der Schädigung der Warmverformung von der nominalen TNM[™]-Legierung bei verschieden hohen Temperaturen mit unterschiedlichen Umformraten. Die Versuche wurden an der Gleeble®3800 durchgeführt. Mit Hilfe der ermittelten Fließkurven wurden die Dehnratenempfindlichkeitswerte berechnet. Zusätzlich wurde für die untersuchten Prozessparameter eine Schädigungsanalyse durchgeführt. Die Validierung erfolgt mittels Mikrostrukturanalyse der gestauchten Proben. Zur Analyse des Gefüges wurden Licht- und Rasterelektronenmikroskopie eingesetzt.

4.1. Material

Das Material wurde doppelt oder mehrfach im Vakuum-Lichtbogen-Umschmelzen (Vacuum Arc Melting, VAR) umgeschmolzen. Eine Nachverdichtung des Gussmaterials erfolgte mit heiß-isostatischen Pressung-HIP (Bodycote Hot Isostatic Pressing) bei 1205°C und 175 MPa für 4 h und einer langsamen Abkühlrate. Als letztes wird das hergestellte Primärgefüge mittels Strangpressen und Schmiedeprozesse verfeinert. Die zylindrischen TNM-Proben für die Gleeble Experimente im Labormaßstab wurden mittels Drahterodierung aus Mitte und Rand der TiAl-Billets gefertigt. Die zylindrischen Proben verfügen über einen Durchmesser von 10 mm und einer Länge von 15 mm (siehe Abbildung 17).



Abbildung 17: Abmessungen und Probengeometrie für die Stauchversuche

Die nominelle chemische Zusammensetzung in Atomprozent der in dieser Arbeit eingesetzten nominalen TNM-Legierung ist, Al 43%, Nb 4%, Mo 1%, B ca. 0.03% Ti. bal welche von der Firma RTI International Metals LTD und GFE Nürnberg gefertigt worden ist.



Abbildung 18: Bereiche der Probenentnahme aus dem Billet

In Abbildung 18 sind die Bereiche der Proben dargestellt, wo sie mittels Drahterodierung aus den Billets herausgearbeitet wurden.

4.2. Gleeble®3800

Die Gleeble®3800 ist ein leistungsstarkes thermisches/mechanisches Prüfsystem für verschiedenste thermisch-mechanische Werkstoffprüfungen oder physikalische Simulationen. In der Abbildung 1.4 ist ein aktuelles Bild der Gleeble®3800 zu sehen.



Abbildung 19: Gleeble®3800

Mit der Gleeble®3800 können Aufheizraten bis 10000°C/s und Temperaturen bis 1700°C erreicht werden. Für die Abkühlung besteht dabei die Möglichkeit, mit Gas, mit Luft oder mit Wasser abzukühlen, je nach gewünschter Abkühlgeschwindigkeit. Dabei können Druckversuche oder Zugversuche durchgeführt werden und die Wegänderung bzw. Längenänderung gemessen werden. Die Versuche können über verschiedene Kontrollmethoden gesteuert werden – z.B.: Weg, Kraft, Spannung, Durchmesser- oder Längenänderung. Durch eine Software (Quick Sim) können die Versuchsparameter eingegeben und über den Rechner der Versuch gestartet werden. Auch eine manuelle

Steuerung oder eine Kombination aus Software und manueller Steuerung ist möglich. Die Versuche werden in einer Probenkammer durchgeführt, wobei die Möglichkeiten bestehen unter Luft, unter Vakuum oder unter Schutzgas die Versuche durchzuführen. Mit dem Erweiterungssystem, der Hydrawedge, können auch mehrstufige Versuchszyklen realisiert werden [26, 27].

Tabelle 2: Unterschied zwischen dem Basic-System und dem Erweiterungssystem (Hydrawedge II) der Gleeble®3800 [26, 27]

	Aufheizrate	Dehnrate
Basic System	Aufheizraten bis 10 000 K/s	Dehnraten bis 10 s ⁻¹
Hydrawedge	Aufheizraten bis 5K/s	Dehnraten bis 200 s ⁻¹

In Tabelle 2 ist der Unterschied zwischen dem Basic- System und dem Erweiterungssystem (Hydrawedge) der Gleeble®3800, in Bezug auf die Aufheizrate und Dehnrate aufgelistet.

4.2.1. Probenkammer und Versuchsanordnung

Die Anordnung der Proben bei der Versuchsdurchführung in der Probenkammer der Gleeble®3800 ist in Abbildung 20 dargestellt. Wie aus der schematischen Darstellung zu erkennen ist, befindet sich zwischen Probe und den Stempeln, jeweils auf der linken und rechten Seite der Probe, zwei Graphitplättchen und ein Molybdänplättchen mit Suspension auf Ni-Basis, welche eine Reduzierung der Reibung und des Temperaturgradienten entlang der Probe bezwecken. Das Molybdänplättchen hat zusätzlich die Aufgabe die Probe vor Diffusion von Kohlenstoff der Graphitplättchen bei hohen Temperaturen (>500°C) zu schützen. Die Graphitplättchen haben in erster Linie die Aufgabe die Wärmeleitfähigkeit zwischen Probe und Stempel zu verbessern. Graphit ist bis zu einer Temperatur von 600°C beständig.



Abbildung 20: Versuchsanordnung in der Probenkammer

Die Abbildung 21 veranschaulicht im Detail die genaue Anordnung der Schmiermittelkonstellation. Am Stempel wurden zuerst zwei Graphitplättchen und dann ein Molybdänplättchen mit Hilfe von Ni-Paste angeordnet.



Abbildung 21: Anordnung der Graphit- Molybdänplättchen bei der Versuchsdurchführung

Die Graphitplättchen werden in runder Form ausgeschnitten oder herausgestanzt und der Durchmesser der Graphitplättchen entspricht ungefähr dem Durchmesser der Stempel. Das Molybdänplättchen sollte etwas größer sein als die Graphitplättchen und an den Ecken abgeschnitten, um ein Berühren bei der Verformung mit den Thermoelementen am Rand zu verhindern.

4.2.2. Temperaturmessung

Im Normalfall kann die Temperaturmessung an der Gleeble®3800 auf zwei Arten erfolgen. Zum einen können Pyrometer und zum anderen Thermoelemente verwendet werden. In der vorliegenden Arbeit wurden die Messung und die Regelung der Temperatur mittels Thermoelementen, die durch Punktschweißung an die Proben angeschweißt wurden, durchgeführt. Aufgrund des hohen Temperaturbereichs von bis zu 1340 °C wurden Thermoelemente des Typ S (Pt10Rh-Pt) verwendet.[27]

4.2.3. Versuchszyklen

In dieser Arbeit wurden zwei unterschiedliche Temperatur-Zeit-Zyklen durchgeführt. Dabei wurde der Erste Zyklus mit dem Basic-System unter Vakuum durchgeführt. Der Zweite Zyklus wurde mit der Hydrawedge unter Argonatmosphäre ausgeführt.

Bei der Versuchsdurchführung wurden unter anderem die Daten für Temperatur, Spannung und Zeit aufgezeichnet. In Tabelle 3 sind die Versuchsparameter beider Zyklen aufgelistet.

Temperatur [°C]	Dehnrate [1/s]	Dehnung	Haltezeit [s]
1140, 1180, 1220,	1, 0.5, 0.1, 0.05,	0.9	60, 10 (1.Zyklus)
1260, 1300, 1340	0.005		60s (2.Zyklus)

Tabelle 3: Versuchsparameter für Ersten und Zweiten Zyklus

Erster Zyklus im Gleeble-Basic-System (unter Vakuum)

In Abbildung 22 (a) ist der Temperatur Zeit Verlauf des Ersten Zykluses für die Versuchstemperaturen 1140°C-1260°C dargestellt. Aufgrund der schnellen Aufheizrate, wurde der Ersten Zyklus im Basic-System der Gleeble®3800 durchgefürht. Dabei wurde die Probe unter Vakuum bis 1300°C mit einer Aufheizrate von 17K/s aufgeheizt und gleich mit einer Abkühlrate von 7K/s auf die jeweilige Versuchstemperatur (1140°C, 1180°C, 1220°C, 1260°C) wieder abgekühlt. Anschließend wurden die Proben bei jeder

Versuchstemperatur und Umformrate einmal 10s und einmal 60s lang konstant auf der jeweiligen Versuchstemperatur gehalten. Direkt danach wurde der Verformungsprozess durchgeführt, der je nach Dehnrate unterschiedlich lange dauerte (von 0,9s bis 180s). Als letzten Schritt wurde die Probe mit einer konstanten Abkühlrate von 2,5K/s abgekühlt. Durch diese langsame Abkühlung von 2,5 K/s, werden beim Abkühlen mögliche thermischen Eigenspannungen vermieden, die zusätzlich Schädigung verursachen könnten. Für die Verformungstemperaturen von 1300°C und 1340°C sind die Temperaturverläufe als Funktion der Zeit in der Abbildung 22 (b) und (c) dargestellt. Hierbei wurden die Proben unter Vakuum mit einer Aufheizrate von 17K/s direkt auf 1300°C oder 1340°C aufgeheizt und bei jeder Verformungstemperatur einmal 10s und einmal 60s konstant gehalten und nach der Verformung wieder mit der konstanten Abkühlrate von 2,5K/s abgekühlt.



Abbildung 22 : Temperatur-Zeit Verlauf des Ersten . Zykluses für Verformungstemperaturen (a) 1140-1260°C, (b) 1300°C und (c) 1340°C

Zweiter-Zyklus

In Abbildung 23 ist der Temperatur-Zeit Verlauf des Zweiten Zykluses für die verschiedenen Versuchstemperaturen dargestellt. Zunächst wurden die Proben unter Argonatmosphäre mit einer Aufheizrate von 5K/s bis 1000°C aufgeheizt. Ab 1000°C wurde die Probe mit einer Aufheizrate von 2 K/s bis zu einer Temperatur von 1300°C weiter aufgeheizt. Die langsamere Aufheizrate von 2 K/s, verhindert eine Überhitzung. Bei 1300°C wurden die Proben 60s lang konstant gehalten. Anschließend mit einer Abkühlrate von 1 K/s wiederum auf die jeweilige Versuchstemperatur (1140°C, 1180°C, 1220°C, 1260°C) abgekühlt und nochmals für 10s konstant gehalten. Anschließend wurde der Umformprozess gestartet, der je nach Dehnrate unterschiedlich lange dauerte. Direkt nach der Umformung wurden die Proben frei in der Argonatmosphäre abgekühlt. Die Haltezeiten vor der Umformung sollen zu einem homogenen Gefüge führen. In Abbildung 23 (b) ist der Temperatur Zeit Verlauf des Zweiten Zykluses für die Versuchstemperatur 1300°C dargestellt. Zunächst wurden die Proben wieder unter Argonatmosphäre mit einer Aufheizrate von 5K/s bis 1000°C aufgeheizt. Ab 1000°C wurde die Probe mit einer Aufheizrate von nur noch 2 K/s bis zu einer Temperatur von 1300°C weiter aufgeheizt. Anschließend wurden die Proben 60s lang konstant bei 1300°C gehalten. Direkt danach wurde der Verformungsprozess gestartet und anschließend wieder frei abgekühlt. In Abbildung 23 (c) ist der Temperatur Zeit Verlauf des Zweiten Zykluses für die Versuchstemperatur 1340°C dargestellt. Zunächst wurden die Proben wieder unter Argonatmosphäre mit einer Aufheizrate von 5K/s bis 1000°C aufgeheizt. Ab 1000°C wurde die Probe mit einer Aufheizrate von nur noch 2 K/s bis zu einer Temperatur von 1300°C weiter aufgeheizt. Anschließend wurden die Proben 60s lang konstant bei 1300°C gehalten, nochmals mit einer Aufheizrate von 1K/s weiter auf 1340°C aufgeheizt und 10s lang bei 1340°C konstant gehalten. Direkt danach wurde der Verformungsprozess gestartet und anschließend wieder frei abgekühlt.



Abbildung 23: Temperatur-Zeit Verlauf des Zweiten-Zykluses für Verformungstemperaturen (a) 1140-1260°C, (b) 1300°C und (c) 1340°C

4.3. Versuchsdurchführung und Schwierigkeiten

Als Erstes wird der Temperaturzyklus (Erster/Zweiter Zyklus) in die Software eingeben. Aufheizrate, Haltedauer, Umformrate und Abkühlung sind notwendig um den Versuchszyklus eindeutig zu beschreiben. Ebenso muss hier eingegeben werden, über welches Thermoelement (Mitte/Rand) die Temperatur gesteuert wird. In dieser Arbeit wurde die Temperatur über das Thermoelement in der Mitte der Probe gesteuert. Zusätzlich wurde aber auch ein Thermoelement am Rand der Probe angeschweißt, um zusätzliche Daten für die weiteren Simulationsarbeiten und den Temperaturgradienten zu erhalten (siehe Abbildung 25). Die Proben wurden mit einer digitalen Schiebelehre vermessen und vor dem Start des Versuchs in die Software eingegeben, damit die Software die Spannung und Dehnung berechnen konnte. Im Basic System wurde über den Weg (Stroke) und in der Hydrawedge über die genaue Längenänderung der Probe, die Dehnung (Jaw) gesteuert.



Abbildung 24: Punktschweißgerät

Die Temperaturmessung der Proben wurde durch Thermoelemente durchgeführt. Dazu wurden bei jeder Probe, jeweils in der Mitte der Probe und am Rand (2mm vom Rand) der Probe, Thermoelemente mittels Punktschweißung angebracht (Abbildung 24). Der Abstand zwischen dem positiven und negativen Thermoelement sollte ungefähr 1 mm betragen (Abbildung 25). Die Höhe der Schweißspannung für ein optimales Anschweißen betrug zwischen 39V-42V. Der Abstand, in der Höhe, zwischen Spitze des anzuschweißenden Thermoelementes und Probe war ungefähr 4-6mm (Abbildung 25).


Abbildung 25: Probe mit angeschweißten Thermoelementen

Der Erste Zyklus wurde mit dem Basic-System durchgeführt. Hierbei konnte man die Probe entweder händisch mit Hilfe einer Zange zwischen die Stempel positionieren oder mit Hilfe eines starren Probenhalters mit Klemmvorrichtung.

Der Zweite Zyklus wurde mit dem Erweiterungssystem, der Hydrawedge durchgeführt. Hierbei wurde zur Positionierung ein Probenhalter mit Klemmvorrichtung verwendet. Wichtig bei der Probenpositionierung war, dass die Probe genau in der Mitte zwischen den Stempeln positioniert wurde. Damit zwischen Stempel und Probe die Leitfähigkeit gleichmäßig ist, sollten die Stempel vor jedem Versuch mit Schleifpapier geschliffen werden um die Stempel vor Verunreinigungen, die von den Versuchen davor entstanden sind zu befreien. Durch die hohen Temperaturen und die hohe Kraft, die während der Versuche auf die Wolframkarbid-Stempel wirken, kommt es in den Stempeln zu Oxidationsvorgängen wodurch die Stempel immer spröder werden und eine sichtbare Beschädigung der Stempel entsteht. Diese Beschädigung, entsteht einerseits durch Verschleißmechanismen und andererseits durch Plastische Verformung. In der Mitte der Stempel, wo es während der Versuche einen Kontakt zwischen Stempel und Probe gibt, entsteht dadurch in weiterer folge ein Materialverlust an den Stempeln (Abbildung 26).



Abbildung 26: WC-Stempel mit Verschleißerscheinungen

Bei der Versuchsdurchführung wurde der Erste Zyklus im Basic-System unter Vakuum durchgeführt. Dabei wurde als zunächst ein Vakuum in der Probenkammer aufgebaut, was ungefähr 5 Minuten dauerte und anschließend wurde der Versuch gestartet. Nachdem bei dem Versuchen unter Vakuum, Oxidation festgestellt worden ist, wurden die Versuche beim Zweiten Zyklus unter Argonatmosphäre durchgeführt. Druck zwischen Stempel und Probe zu Beginn des Versuches, sollte ungefähr 0,7kN betragen, um Temperaturschwankungen zu vermeiden.

An den Thermoelementen wurde jedoch nach Durchführung von Versuchen eine Kontamination des Versuchsmaterials auf die Thermoelemente festgestellt. Diese Kontamination beeinflusste die Temperaturmessung, dass eine Temperaturabweichung von bis zu 15°C die Folge war. Dies wurde durch weitere Versuchsmessungen nachgewiesen. Dabei wurden die Versuche mit Thermoelementen vom Typ S und vom Typ K in der Mitte der Probe aufgeschweißt und die Temperaturkurven anschließend miteinander verglichen. In Abbildung 27 ist der Temperatur-Zeit Verlauf der Ersten Vergleichsmessung zwischen einem neuen Thermoelement vom Typ K und einem neuen Thermoelement vom Typ S (blau) in der Mitte der Probe angeschweißt und ein weiteres Thermoelement vom Typ K (grün) am Rand der Probe. Die Temperatursteuerung bei

der Versuchsdurchführung wurde über das Thermoelement Typ K vorgenommen (rot). In Abbildung 27 ist die Erste Vergleichsmessung dargestellt. Dabei wird ersichtlich, je länger der Versuch dauert umso größer wird der Temperaturunterschied zwischen den Thermoelementen. In Abbildung 28 ist der die Temperaturdifferenz zwischen den Thermoelement Typ K und Typ S über die gesamte Versuchsdauer dargestellt. Wobei die größte Temperaturdifferenz mit 7°C erkennbar wird.



Abbildung 27: Temperatur-Zeitverlauf der Ersten Vergleichsmessung zwischen einem neuen Thermoelement vom Typ K und Typ S



Abbildung 28: Temperaturunterschied bei der Ersten Vergleichsmessung zwischen einem neuen Thermoelement vom Typ K und S

In Abbildung 29 ist die Zweite Vergleichsmessung dargestellt. Dabei wird ersichtlich, dass zu Beginn der Vergleichsmessung, zwischen einem neuen Thermoelement Typ K und dem bereits verwendeten (kontaminierten Thermoelement) Thermoelement Typ S (von der Ersten Vergleichsmessung), der Temperaturunterschied am größten ist. Zu Beginn der Messung beträgt der Temperaturunterschied ungefähr 17°C und nimmt bis zum Ende der Messung auf ungefähr 12°C ab (siehe Abbildung 30).



Abbildung 29: Temperatur-Zeitverlauf der Zweiten Vergleichsmessung zwischen einem neuen Thermoelement Typ K und dem bereits verwendeten Thermoelement Typ S von der Ersten Vergleichsmessung



Abbildung 30: Temperaturunterschied bei der Zweiten Vergleichsmessung zwischen einem neuen Thermoelement Typ K und dem bereits verwendeten Thermoelement Typ S von der Ersten Vergleichsmessung

In Abbildung 31 ist die Dritte Vergleichsmessung dargestellt. Hierbei wurde wieder ein neues Thermoelement Typ K und das bereits zweimal verwendete Thermoelement Typ S, von der Zweiten Vergleichsmessung verwendet. Dabei ist zu erkennen, dass die Temperaturdifferenz ungefähr zwischen 8°C und 12°C liegt (siehe Abbildung 32). Die Temperaturdifferenz der Thermoelemente, hat sich im Vergleich zu den vorherigen Vergleichsmessungen, in einem konstanten Temperaturbereich eingependelt und zeigt einen zunehmend konstanteren Verlauf.



Abbildung 31: Temperatur-Zeitverlauf der Dritten Vergleichsmessung zwischen einem neuen Thermoelement Typ K und dem bereits zweimal verwendeten Thermoelement Typ S von der Zweiten Vergleichsmessung



Abbildung 32: Temperaturunterschied bei der Dritten Vergleichsmessung zwischen einem neuen Thermoelement Typ K und dem bereits zweimal verwendeten Thermoelement Typ S von der Zweiten Vergleichsmessung

Eine EDX Analyse an den schon verwendeten Thermoelementen vom Typ S, ergab das Al auf der Oberfläche der Spitze der Thermoelemente befindet. Das ist im EDX-Spektrum in der Abbildung 33 (Markierung grüner Pfeil) und eine Aufnahme der kontaminierten Spitze zu sehen.



Abbildung 33: EDX-Spektrum der Spitzenoberfläche der kontaminierten Thermoelemente mit einem AI-Peak (grüner Pfeil)

Die Al-Diffusion auf der Oberfläche der Thermoelemente war innerhalb eines Bereiches von 2-4 mm des Thermoelements vorhanden und ab diesem Bereich nicht mehr messbar. Nachfolgende EDX Analyse zeigt den Bereich des Thermoelementes nach 4mm (Abbildung 35), in der keine Al-Diffusion mehr sichtbar war. Die Abbildung 34 veranschaulicht die Stellen der EDX Analyse am Thermoelement.



Abbildung 34: Bereich der EDX-Messung am kontaminierten Thermoelement

In weiterer Folge, wurden beim gesamten Zweiten Zyklus, die Thermoelemente nach jedem Versuch um mindestens 4mm gekürzt.



Abbildung 35: EDX-Spektrum im Bereich außerhalb der Spitzenoberfläche kein Al-Peak vorhanden

4.4. Metallographie und Mikroskopie

Um in weiterer Folge das Gefüge der TNM-Legierung beurteilen und vergleichen zu können, wurde anschließend an allen Proben eine metallographische Untersuchung durchgeführt. Die Probe wurden mit einem Übermaß von einen Millimeter außerhalb der Mitte durchtrennt, um für die metallographische Probenpräparation noch ausreichend Platz zu haben (Abbildung 36).



Abbildung 36: Darstellung der Schnittebene für die Schliffherstellung

Der Zuschnitt der Probe wurde mit einer Nasstrennschleifmaschine durchgeführt. Das Warmeinbetten wurde maschinell mit einer Einbettpresse (CitoPress20) der Firma Struers durchgeführt. Als Einbettmittel wurde aufgrund der Eigenschaften des Einbettmittels, DuroFast von der Firma Struers gewählt.

Das Schleifen wurde mithilfe eines Schleif- und Poliergerätes (TegraPol 21) der Firma Struers durchgeführt. Dabei wurden zunächst die Proben in einem 6-fach Probenhalter mit Nassschleifpapier (Siliziumkarbidpapier) - Körnung 80 plangeschliffen und anschließend mit Nassschleifpapier der Körnungen feingeschliffen. Die Parameter die beim Schleifen verwendet wurden sind in Tabelle 4 ersichtlich. Nach dem Schleifen wurden die Proben in einem Ultraschallbad für 10 Minuten gereinigt.

Körnung	80	120	320	500	800	1200	2000	2400
Kraft [N]	120	100	80	80	60	60	40	40

Tabelle 4: Parameter beim plan- und feinschleifen (im Probenhalter)

Beim Polieren wurden die Schliffe aus dem Probenhalter herausgenommen und mit einem Einzelprobenhalter poliert. Dazu wurde eine MD-Chem Polierscheibe der Firma Struers verwendet. Die Proben wurden für 5 Minuten, mit einer Einzelkraft von 30N, unter Zugabe von OP-S poliert und anschließend wieder für 10 Minuten in einem Ultraschallbad gereinigt.

Das Ätzen der Schliffproben wurde mit einem elektrolytischen Polier- und Ätzgerät der Firma Struers durchgeführt. Als Ätzmittel wurde die Farbätzung nach Ence und Margolin [28] verwendet. Die Einstellungen für das elektrolytische Ätzen und die Zusammensetzung der Ätzung sind in Tabelle 5 ersichtlich. Direkt nach dem Ätzvorgang wurden die Proben mit Wasser und Ethanol gereinigt und getrocknet.

Tobollo E.	Doromotor	hoim	alaktralytiaahaa	A+700
rapelle 5.	Parameter	Deliti	elektroivuschen	ALZEIT

Zusammensetzung der Farbätzung nach	Parameter beim elektrolytischen Ätzen			
Ence und Margolin [28]:				
- Ethanol 95%: 420 ml	- Lochmaske: 2cm ²			
- Dest. Wasser: 245 ml	- Flussrate: 10			
- Milchsäure 70 mL	- Ätzzeit: 5s			
- Orthophosphorsäure (85%): 35 mL	- Spannung: 39V			
- Zitronensäure (fest): 35 g				
- Oxalsäure (fest) : 35 g				

Anschließend wurden die geätzten Schliffe mit Hilfe eines Lichtmikroskopes dokumentiert. Hierbei wurden die Proben jeweils an drei verschiedenen Bereichen untersucht (Abbildung 37). Jeder Bereich wurde mit unterschiedlichen Vergrößerungen dokumentiert.



Abbildung 37: Bereiche der metallographischen Untersuchung

Bei der Untersuchung der Mikrostruktur der Proben, wurde festgestellt, dass das Lichtmikroskop für eine exakte Analyse der Schädigung (Risse, Hohlräume) nicht ausreichend war und eine weitere Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop notwendig war.

5. Ergebnisse und Diskussion

5.1. Ausgangszustand der TNM[™]-Legierung

Die erhaltenen TNMTM-Proben wurden untersucht, um einen Vergleich mit den umgeformten Proben zu erhalten. Die Schliffe wurden im Lichtmikroskop und im REM analysiert. In Abbildung 38 (a)-(d) sind drei unterschiedliche Gefügephasen zu erkennen. Der graue Bereich sind sogenannte $\alpha_{2/\gamma}$ -Lamellen, die von einer hellen Phase, der β_0 – Phase umgeben werden. Der dunkle Bereich ist die γ -TiAl Phase. Die Proben wurden mit dem Lichtmikroskop weiters auf Schädigung, Inhomogenitäten oder Seigerungen untersucht. Dabei wurden im Ausgangszustand jedoch keine gefunden.



Abbildung 38: Lieferzustand der TNM- Probe – LIMI (a)-(b), REM (c)-(d)

5.2. Erster Zyklus

5.2.1. Fließkurven des Ersten Zykluses





Abbildung 39: Fließkurven der nominalen TNM Legierung bei verschiedenen Temperaturen, Dehnraten und zwei unterschiedlichen Haltezeiten

Die wahren Fließkurven der nominalen TNMTM-Legierung vom ersten Zyklus bei Temperaturen in Abhängigkeit von der Dehnrate verschiedenen für zwei unterschiedliche Haltezeiten (10s und 60s) bis zu einer wahren Dehnung von 0.6 sind in Abbildung 39 dargestellt. Dabei ist zu erkennen, dass es bei der niedrigsten Verformungstemperatur (1140°C) und der schnellsten Dehnrate (1 s⁻¹), zur größten Spannung kommt. Neben der Verfestigung zu Beginn des Verformungsprozesses, ist nach Erreichen der höchsten Spannung, bei den meisten Fließkurven eine Entfestigung erkennbar. Diese Entfestigungs-/Verfestigungsmechanismen während der Verformung, könnten auf dynamische Rekristallisation, dynamische Erholung oder auch Schädigung zurückzuführen sein. Weiters ist zu sehen, dass sich Fließkurven überschneiden. Dabei

könnten Instabilitäten, dynamische Phasenumwandlungen oder auch Schädigung die sich während der Verformung bilden der Grund sein. Eine vollständige Reproduzierbarkeit der Fließkurven konnte nicht erzielt werden. hohen Die Temperaturen und die schnellen Dehnraten wurden öfters wiederholt und verglichen. Die Wiederholungen zeigten, dass die Peakspannungen sehr ähnlich sind, aber der weitere Verlauf war sowohl Verfestigung als auch Entfestigung.





Abbildung 40: Temperaturanstieg in Abhängigkeit der Temperatur für die verschiedene Dehnraten und für die zwei Haltezeiten (a) 10s und (b) 60s



Abbildung 41: Darstellung für den Temperaturanstieg während der Verformung des Ersten Zykluses

In Abbildung 40 (a) ist der Temperaturanstieg während der Verformung, als Funktion der Dehnrate für eine Haltezeit von 10s und (b) 60s dargestellt. Dabei ist zu erkennen, dass bei der schnellsten Dehnrate (Verformungsdauer 0,9 Sekunden) der größte Temperaturanstieg zu sehen ist. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass bei sehr schnellen Dehnraten, Wärme durch die Verformung entsteht. Jedoch wegen der schnellen Verformungszeit, kann die durch die Verformung entstandene Wärme, nur zu einem sehr kleinen Teil aus der Probe abgeführt werden. Anhand der Diagramme ist eindeutig erkennbar, dass bei einer Temperatur von 1260°C, bei beiden Haltezeiten jeweils ein auffällig hoher Temperaturanstieg vorliegt. Dies ist vermutlich auf die Phasenumwandlung (Auflösung von y), die in diesem Temperaturintervall stattfindet zurückzuführen. Bei langsameren Dehnraten (längere Verformungszeit) ist der Temperaturunterschied, zwischen den verschiedenen Dehnraten nicht sehr groß und zumeist gleichmäßig. In Abbildung 41 (a) und (b) ist der Temperaturanstieg für den Ersten Zyklus in Form von Mappen dargestellt. Die grünen Pfeile markieren Bereiche mit hohen Temperaturanstieg während der Verformung. Hierbei wird nochmals anschaulich verdeutlicht das bei schnellen Dehnraten und hohen Temperaturen, der größte Temperaturanstieg gemessen wurden. Bei einer Haltezeit von 60s (Abbildung 41 (b)), sind große Temperaturanstiege nur bei höheren Temperaturen erkennbar. Im Vergleich zu einer Haltezeit von 10s (Abbildung 41) wurde auch bei der Temperatur 1140°C während der Verformung ein großer Temperaturanstieg bei langsamer Dehnrate gemessen.



5.2.3. Relative Entfestigung

Abbildung 42: Entfestigungsparameter ∆σ/σmax gegen die Verformungstemperaturen für die verschiedenen Dehnraten und die zwei Haltezeiten (a) 10s und (b) 60s.



Abbildung 43: Entfestigungs-Mappen für den Ersten Zyklus für die Haltezeit (a) 10s und ()b 60s

In Abbildung 42 ist die Entfestigung $\Delta\sigma/\sigma_{max}$ gegen die Verformungstemperatur für die einzelnen Dehnraten für eine Haltezeit von (a) 10s und (b) 60s aufgetragen. Dabei ist zu erkennen, dass bei langsamer Umformung die Entfestigung grundsätzlich hoch ist. Die langsamen Dehnraten stellen auch längere Zeit für die Diffusionsprozesse dar und daher haben Entfestigungsmechanismen wie dynamische Rekristallisation und Erholung mehr Zeit sich zu entwickeln. Jedoch ist dieser Trend nicht eindeutig bei allen Temperaturen konstant. Zusammenfassend, trifft bei niedrigeren Temperaturen dieser Trend mehr zu als bei hohen Temperaturen. Die Temperatur 1260°C zeigt für eine Dehnrate von 1s-1 eine Verfestigung trotz der hohen adiabatischen Eigenerwärmung. In Abbildung 43 ist die Entfestigung für den Ersten Zyklus bei den Haltezeiten (a) 10s und (b) 60s in Form von Entfestigungsmappen dargestellt. Die roten Bereiche, zeigen Verfestigungsbereiche und die grünen Pfeile markieren Bereiche mit hoher Entfestigung. Die Entfestigungsbereiche in Abbildung 43 bestätigen in einer übersichtlichen Darstellungsform die Ergebnisse aus Abbildung 42.

5.2.4. Max. Peakspannung

In Abbildung 44 (a) und (b) ist die maximale Peakspannung in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt. Die Tendenz zeigt, dass bei niedrigen Temperaturen und hohen Dehnraten die Peakspannung am höchsten ist und mit zunehmender Temperatur und Dehnrate sinkt. In Abbildung 44 (a), bei einer Haltezeit von 10s, trifft diese Tendenz, bis auf geringe Abweichungen, eindeutig zu. Bei höheren Temperaturen wird der Unterschied zwischen den maximalen Peakspannungen der unterschiedlichen Dehnraten immer geringer, dies ist höchstwahrscheinlich auf den hohen Anteil der gut verformbaren β-Phase, bei höheren Temperaturen zurückzuführen



Abbildung 44: Maximale Peakspannung als Funktion der Temperatur für verschiedene Dehnraten und Haltezeiten (a) 10s und (b) 60s.

5.3. Gefügeuntersuchungen

5.3.1. Unverformte Mikrostruktur nach Wärmebehandlung

Um die Mikrostruktur zu analysieren wurden Wärmebehandlungen mit verschiedenen Temperaturen (1340°C, 1300°C, 1220°C und 1140°C) und mit zwei unterschiedlichen Haltezeiten (10s und 60s) durchgeführt. In Abbildung 45 ist das Mikrogefüge von TMN[™]-Proben, nach der Wärmebehandlung mit diesen unterschiedlichen Temperaturen dargestellt.

Das Gefüge nach einer Wärmebehandlung bei den Temperaturen 1340°C und 1300°C und einer Haltezeit von jeweils 10s und 60s, ist in Abbildung 45 (a) bis (d) ersichtlich. Dabei ist zwischen den unterschiedlichen Temperaturen und Haltezeiten, kaum ein Unterschied im Gefüge zu erkennen. Das Gefüge besteht hauptsächlich aus feinen α_2/γ – Lamellen und einem geringen Anteil β_0 -Phase. Die Wärmebehandlungen bei der Temperatur von 1260°C, zeigt im Vergleich zu höheren Temperaturen, eine feinkörnigere Struktur mit gröberen α_2/γ – Lamellen, einen geringen Anteil an der β_0 – Phase und der globularen y-Phase (siehe Abbildung 45 (e)-(f)). Nach der Wärmebehandlung bei der Temperatur 1220°C stellte sich ein ebenso feinkörnigeres Gefüge wie bei der Temperatur 1260°C ein. Die lamellare α_2/γ – Struktur ist etwas feiner, der Anteil der β_0 -Phase und der γ -Phase ist sichtlich größer (siehe Abbildung 45 (g)-(h)). Der größere Anteil der γ-Phase lässt sich damit erklären, dass bei dieser Temperatur die α -Transuslinie überschritten wird, wobei sich die γ -Phase aus der α -Phase ausscheidet. Der größere Anteil der
ßo-Phase könnte darauf zurückzuführen sein, dass es bei dieser Temperatur zu einer Homogenisierung des Gefüges kommt und somit der Anteil der β₀-Phase erhöht wird. Im Vergleich zu der wärmebehandelten Probe bei 1220°C ist die Mikrostruktur der Proben bei 1180°C grobkörniger, mit einem geringen Anteil an β_0 -Phase und größere Anteile der γ -Phase. Die Gefügebilder sind in Abbildung 45 (i) und (j) dargestellt. Nach einer Wärmebehandlung bei 1140°C stellt sich ein grobkörniges Gefüge und einem geringen Anteil der β_0 –Phase ein. Der Anteil der y-Phase, im Vergleich mit dem Mikrogefüge bei 1180°C ist sehr gering (Abbildung 19 (k) und (I)).





Abbildung 45: REM-Aufnahmen im BSE-Modus der wärmebehandelten Proben (Mitte) (a) 1340°C/60s, (b) 1340°C/10s, (c) 1300°C/60s, (d) 1300°C/10s, (e) 1260°C/60s, (f) 1260°C/10s, (g) 1220°C/60s, (h) 1220°C/10s (i) 1180°C/60s, (j) 1180°C/10s, (k)1140°C/60s und (l) 1140°C/10s [7]



5.3.2. Verformte Proben

Abbildung 46: REM-Aufnahmen der gestauchten Proben (Mitte) nach Umformtemperaturen und Dehnraten (a) 1140°C/60s/1s⁻¹, (b) 1140°C/60s/0.1s⁻¹, (c) 1140°C/60s/0.05s⁻¹ und (d) 1140°C/60s/0.005s⁻¹ [7]

In Abbildung 46 ist die Mikrostruktur als Funktion der Dehnrate dargestellt. Die Druckversuche führen zu einer Dehnung der Körner und beim Abkühlen bilden sich aus der α -Phase die α_2/γ -Lamellen in diesen gedehnten Körnern aus, d.h. die α_2/γ -Lamellen erscheinen verformt. Durch thermisch aktivierte Entfestigungsprozesse (dynamische Rekristallisation, dynamische Erholung) kann es hierbei zur Ausbildung einer feinen γ -Phase kommen. Die Gefügeaufnahmen bei der Dehnrate von 1s⁻¹ in Abbildung 46 (a) zeigt im Vergleich zu langsameren Dehnraten, einen größeren Bereich der α_2/γ -Lamellenstruktur. Der Anteil der β_0 -Phase ist bei allen in Abbildung 46 (a)-(d) dargestellten Dehnraten ungefähr gleich groß. Bei der Dehnrate $0.1s^{-1}$, in Abbildung 46 (b), ist die α_2/γ -Lamellenstruktur etwas feiner als bei einer Dehnrate von $1s^{-1}$ und die Lamellen erscheinen leicht verformt. Ebenso ist der Anteil der γ -Phasen bei dieser Dehnrate im Vergleich zur schnelleren Dehnrate hierbei größer. Bei einer Dehnrate von $0.05 s^{-1}$ ist eine feinere Gefügestruktur, als bei den anderen Dehnraten, mit fein verteilten Anteilen der γ -Phasen zu erkennen (siehe Abbildung 46). Der Anteil der α_2/γ -Lamellen ist hierbei am geringsten. Die langsamste Dehnrate von $0.005s^{-1}$ führt zu einer größer ausgebildeten globularen γ -Phase, da hierbei auch die längste Zeit während der Verformung vorhanden war (siehe Abbildung 46).

5.3.3. Dehnratenempfindlichkeit (strain rate sensitivity)

Die m-Karten sind in Abbildung 47 für eine Haltezeit von 10s und eine Dehnung von (a) 0.4 und (b) 0.6 dargestellt. Die eingefärbten Bereiche entsprechen den negativen m-Werten und die grünen Pfeile kennzeichnen die Bereiche mit hohen m-Werten. In den Bereichen mit hohen m-Werten (grüne Pfeile), sollte eine gute Verformbarkeit erreichbar sein, die von Entfestigungsmechanismen geprägt ist.



Abbildung 47: m-Karten für eine Haltezeit von 10s und einer Dehnung von (a) 0.4 und (b) 0.6

Die negativen m-Werte sind im niedrigen Temperaturbereich von 1140°C-1180°C bei der Dehnrate von 1s⁻¹ und 0.005s⁻¹, als auch in höheren Temperaturbereich von 1280°C bis 1340°C bei einer Dehnung von 1s⁻¹ und 0.005s⁻¹ zu finden. Hierbei sollte bei den Proben Schädigung zu finden sein. Die m-Karten von der Dehnung 0.4 und 0.6 zeigen keine signifikanten Unterschiede.



Abbildung 48: m-Karten für eine Haltezeit von 60s und einer Dehnung von (a) 0.4 und (b) 0.6

Die m-Karten in Abbildung 48 sind für eine Haltezeit von 60s und eine Dehnung von (a) 0.4 und (b) 0.6 dargestellt. Die eingefärbten Bereiche entsprechen negativen m-Werten und die grünen Pfeile kennzeichnen die Bereiche mit hohen m-Werten. Die m-Karten bei der Dehnung 0.4 und 0.6 zeigen negative m-Werte für die Temperatur von 1140°C und die Dehnrate 1s⁻¹. Zusätzlich sind auch negative m-Werte bei der Dehnung im Temperaturbereich von 1190°C bis 1230°C und 1300°C bis 1340°C bei langsamen Dehnraten von 0.05 s⁻¹ und 0.005s⁻¹ zu sehen. Im Vergleich zu der m-Karte bei einer Dehnung von 0.4 sind bei den m-Karten bei einer Dehnung von 0.6 ebenfalls keine großen Unterschiede auszumachen.

5.3.4. Schädigungsanalyse

Haltezeit 10s



Abbildung 49: LIMI Bilder der verformten Proben bei (a) 1140°C/1s⁻¹, (b) 1140°C/0.005s⁻¹, (c) 1220°C/0.005s⁻¹ und (d) 1300°C/0.005s⁻¹

Die Abbildung 49 zeigt Mikrostrukturbilder der verformten Proben (a) 1140°C/1s⁻¹, (b) 1140°C/0.005s⁻¹, (c) 1220°C/0.005s⁻¹ und (d) 1300°C/0.005s⁻¹. Im Gegensatz zu der schnellen Dehnrate 1s⁻¹ zeigt die langsame Dehnrate 0.005s⁻¹ bei 1140°C Poren (siehe Abbildung 49 (b)). Die Gefügebilder in der Abbildung 49 (c) 1220°C/0.005s⁻¹ und (d) 1300°C/0.005s⁻¹ zeigen weniger Schädigung im Vergleich zu den hohen Dehnraten und niedrigen Temperaturen.

Haltezeit 60s



Abbildung 50: Gefügebilder der verformten Probe bei 1140°C (a)-(b) Risse am Rand der Probe und (c)-innerhalb (d) außerhalb des Scherbandes

Die niedrigste Temperatur von 1140°C und die höchste Dehnrate von 1s⁻¹ zeigt Schädigung in Form von und Rissen am Rand der Probe und Scherbänder. Die Ränder der Proben weisen verstärkt Risse entlang der α_2/γ -Lamellen bei niedrigen Temperaturen und hohen Dehnraten auf (siehe Abbildung 50 (a) und (b)). Diese Inhomogenität ist die Folge von Zugspannungen, die während der Verformung durch das gleichzeitige Ausbauchen der Stirnfläche in zwei Richtungen auftreten. Im Vergleich dazu treten in der Mitte der Probe nur uniaxiale Druckkraft auf und daher keine Risse. In Abbildung 50 (c) ist das Gefüge innerhalb eines Scherbandes und (b) außerhalb des Scherbandes dargestellt.

5.4. Zweiter Zyklus

5.4.1. Fließkurven des Zweiten Zykluses

Die wahren Fließkurven der nominalen TNM[™]-Legierung vom Zweiten Zyklus, sind in Abbildung 51, bei verschiedenen Temperaturen für die verschiedenen Dehnraten bis zu einer wahren Dehnung von 0.9 dargestellt.

Der Verlauf der Fließkurven des Zweiten Zykluses, ist gleich wie bei dem schon zuvor beschriebenen Ersten Zyklus. Die maximalen Spannungen beim Zweiten Zyklus, bei den unterschiedlichen Dehnraten, sind im Vergleich zum Ersten Zyklus etwas niedriger. Die Erklärung hierfür, könnte die langsamere Aufheizrate (5K/s und 2K/s) sein, in der das Gefüge mehr Zeit hat sich zu homogenisieren. Aufgrund der langsameren Aufheizrate von 2K/s, im Temperaturbereich von 1000°C bis 1300°C, wird zusätzlich auch ein zu großer Temperaturanstieg bei Erreichen der Temperatur 1300°C vermieden.





Abbildung 51: Wahre Fließkurven vom Zweiten Zyklus für die fünf Dehnraten und sechs Temperaturen

5.4.2. Self heating

In Abbildung 52 ist der Temperaturanstieg in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt. Hierbei wird auch, wie schon im Ersten Zyklus ersichtlich, dass die schnellste Dehnrate den größten Temperaturanstieg aufweist. Auffallend in Abbildung 52 ist der hohe Temperaturanstieg bei einer Dehnrate von 0.1s⁻¹ und einer Temperatur von 1300°C. Hierbei könnte eine Schädigung, die durch die Verformung entstanden ist, der Grund für diesen Temperaturanstieg sein. Der ebenso auffallende Temperaturanstieg bei der Dehnrat 1s⁻¹ und einer Temperatur von 1260°C, ist auch schon bei den Versuchen beim Ersten Zyklus gemessen worden. Dies könnte einer Phasenumwandlung (Auflösung von γ), die bei dieser Temperatur stattfinden kann, zugrunde liegen. Ansonsten ist kein eindeutiger Trend feststellbar.



Abbildung 52: Temperaturanstieg während der Verformung vom Zweiten Zyklus



Abbildung 53: Darstellung für den Temperaturanstieg während der Verformung des Zweiten Zykluses

In Abbildung 53 ist der Temperaturanstieg für den Zweiten Zyklus in Form einer Mappe dargestellt. Im Vergleich zum Ersten Zyklus ist hierbei erkennbar, dass der größte Temperaturanstieg über den gesamten Temperaturbereich bei schnellen Dehnraten verteilt ist.

5.4.3. Relative Entfestigung

In Abbildung 54 ist die Entfestigung $\Delta\sigma/\sigma_{max}$ in Abhängigkeit zur Verformungstemperatur für die einzelnen Dehnraten, des Zweiten-Zykluses dargestellt. Im Vergleich zum Ersten Zyklus, ist hier die Tendenz, dass bei den niedrigsten Dehnraten die höchste Entfestigung feststellbar ist, nicht erkennbar. Bei der Entfestigung beim Zweiten Zyklus ist keine Tendenz feststellbar. Allerdings kann allgemein festgehalten werden, dass beim Zweiten Zyklus die Entfestigung höher ist als beim Ersten Zyklus. Eine mögliche Erklärung wäre die längere Aufheizzeit, wodurch das Gefüge vor der Verformung mehr Zeit hat sich zu homogenisieren.



Abbildung 54: Relative Entfestigung beim Zweiten-Zykluses

In Abbildung 55 ist die Entfestigungs-Mappe für den Zweiten Zyklus dargestellt. Im Vergleich zum Ersten Zyklus, ist hier nur Entfestigung und keine Verfestigung erkennbar. Die Bereiche hoher Entfestigung erstrecken sich von den Temperaturen 1140°C – 1300°C und ist vor allem bei langsamen Dehnraten ersichtlich.



Abbildung 55: Entfestigungs-Mappen für den Zweiten Zyklus

5.4.4. Max. Peakspannung

In Abbildung 56 ist die maximale Peakspannung in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt. Hierbei lässt sich wie schon im Ersten Zyklus ein eindeutiger Trend erkennen. Bei der schnellsten Dehnrate und der niedrigsten Verformungstemperaturm, ist die größte Peakspannung zu erkennen. Dieser Trend setzt sich für die weiteren Temperaturen und Dehnraten eindeutig fort.



Abbildung 56: Maximale Peakspannung beim Zweiten Zyklus

5.5. Gefügeuntersuchung

5.5.1. Verformte Proben





Abbildung 57: Lichtmikroskopiebilder der verformten Proben bei (a)1140°C/1s⁻¹, (b)1220°C/1s⁻¹, und (c)1220°C/0.005s⁻¹

Die Abbildung 57 zeigt die Mikrostrukturbilder verformten Proben beim Zweiten-Zyklus. Die Gefügeaufnahme in Abbildung 57 (a) der Probe 1140°C/1s-¹ zeigt ein inhomogenes Gefüge mit grober α_2/γ -Lamellenstruktur mit Anteilen an β_0 -Phase, die γ -Phase ist hierbei nicht sichtbar. Die α_2/γ -Lamellen zeigen eine stark verformte Struktur und sind auch unterschiedlich orientiert. Das Gefüge bei 1220°C (Abbildung 57(b)) für die Dehnrate 1s⁻¹ zeigt ein homogeneres Gefüge mit feiner Lamellenstruktur, im Gegensatz zu Temperaturen 1140°C. Noch dazu sind die Lamellen von der β_0 -Phase umgeben. Die γ -Phase, ist hierbei eben sowenig, wie bei der Temperatur 1140°C zu erkennen. (siehe Abbildung 57 (b)). Das Gefüge der verformten Probe bei 1220°C und der langsamsten Dehnrate von 0.005s⁻¹ zeigt eine homogene, fein lamellare Struktur (Abbildung 57 (c)) und unterschiedlich orientierten Lamellen.

5.5.2. m - Karten

Die m-Karten sind in Abbildung 58 für eine Dehnung von (a) 0.6 und (b) 0.8 dargestellt. Die eingefärbten Bereiche entsprechen den negativen m-Werten und die grünen Pfeile kennzeichnen die Bereiche mit hohen m-Werten. Die niedrige Temperatur von 1140°C zeigt für die Dehnrate 1s⁻¹ und 0.005s⁻¹ negative m-Werte für die Dehnung 0.6. Im Vergleich zur Dehnung 0.8, sind hierbei die negativen Bereiche bei Temperatur 1140°Cund Dehnraten 1s⁻¹ und 0.005s⁻¹ größer und zusätzlich ein negativer Bereich bei Temperatur 1340°C und Dehnrate 0.005s⁻¹. Die höchsten m-Werte bei beiden Dehnungen, sind bei der Dehnraten 1 s⁻¹ und bei der Temperatur 1340°C als auch bei der Temperatur 1140°C und Dehnung 0.1 s⁻¹ bis 0.05 s⁻¹ ersichtlich.



Abbildung 58: m-Karten für den Zweiten-Zyklus bei einer Dehnung von (a) 0.6 und (b) 0.8

5.5.3. Schädigungsanalyse

Makroschädigung

In der Abbildung 59 (a)-(b) sind Stereoaufnahmen von verformten Proben, mit und ohne Schädigung dargestellt. Abbildung 59 (a) zeigt eine verformte Probe (1180°C/1s⁻¹), mit Schädigung an der Außenseite. Es sind Risse sichtbar. Abbildung 59 (b) zeigt eine verformte Probe ohne Schädigung. Die Makrorisse bilden sich parallel zu der Verformungsachse und sind hauptsächlich im ausgebauchten Bereich der verformten Probe zu sehen. Die Risse bilden sich aufgrund der vorherrschenden Zugspannungen während der Verformung. Die niedrigen Temperaturen bzw. die hohen Dehnraten sind Beschädigungen stark betroffen.





Abbildung 59: Stereobilder von verformten Proben mit und ohne äußere Schädigung (a) $1180^{\circ}C/1s^{-1}$ und (b) $1340^{\circ}C/1s^{-1}$

Mikroschädigung

Abbildung 60 zeigt verformte Proben, mit Schädigungen wie Poren und Mikrorisse. Die meisten Schädigungen sind bei niederen Temperaturen und schnellen Dehnraten gefunden worden. Was auch mit den bereits dargestellten m-Karten übereinstimmt. Wobei die Schädigung der Proben hauptsächlich am Rand der Proben zu finden war. In der Mitte der Proben, ist Schädigung nur in Form von Poren gefunden worden, keine Risse.



Abbildung 60: Lichtmikroskopiebilder der verformten Proben bei 1220°C/1s⁻¹ (a), 1140°C/1s⁻¹ (b)-(d)
6. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

In dieser Arbeit wurde die nominale TNM[™] Legierung während Warmverformungsversuchen für festgelegte Temperaturen, Dehnraten, Dehnung und Temperatur/Zeit -Zyklen analysiert. Das Ziel der Arbeit war die Identifizierung der Schädigung und die Korrelation mit den Prozessparametern. Die Warmstauchversuche wurden mit der Gleeble®3800 thermomechanischem Simulator ausgeführt. Die erhaltenen Fließkurven wurden für die Berechnung der Dehnratenempfindlichkeitswerte eingesetzt und die verformten Proben wurden mittels LIMI und REM auf Schädigung untersucht.

Zwei Temperatur-Zeit Zyklen

Zwei Temperatur/Zeit – Zyklen wurden untersucht, um eine Abhängigkeit des Zusammenhanges der Vorgeschichte zu zeigen. Dabei wurde der Erste Zyklus, im Basic System unter Vakuum durchgeführt. Beim Ersten Zyklus war die Aufheizrate mit 17K/s wesentlich schneller, als beim Zweiten Zyklus mit 5K/s und wurde aufgrund der schnellen Aufheizrate im Basic-System und nicht mit dem Hydrawedge-System durchgeführt. Bei den Proben im Ersten Zyklus wurde nach der Versuchsdurchführung unter Vakuum jedoch Oxidation festgestellt. Deshalb wurden beim Zweiten Zyklus die Versuche unter Argonatmosphäre durchgeführt, wobei dadurch keine Oxidation mehr feststellbar war. Der Zweite Zyklus wurde aufgrund der langsamen Aufheizrate im Erweiterungssystem der Hydrawedge durchgeführt. Im Unterschied zum Ersten Zyklus, war beim Zweiten Zyklus die Aufheizrate langsamer, damit eine Überhitzung verhindert werden konnte. Durch die längere Aufheizzeit, konnte sich bei den Proben auch ein phasen-stabileres Gefüge (Gleichgewicht) entwickeln.

Problemstellungen in der Gleeble®3800

Ein weiterer Schwerpunkt der Arbeit war die Lösung der Problemstellungen mittels Gleeble. Anhand der Gefügebilder konnte festgestellt werden, dass die Temperaturmessung nicht korrekt war. Die Temperaturmessung bei den Versuchen wurde mit Thermoelementen vom Typ S durchgeführt. Nach Beendigung des Ersten Zykluses wurde durch eine EDX-Analyse, an der Spitze der Thermoelemente, eine Kontaminierung der Thermoelemente durch das Probenmaterial festgestellt. Durch diese Aluminium Kontaminierung, wurde die Temperaturmessung beeinflusst. Durch eine weitere EDX-Analyse, wurde festgestellt, dass die Kontaminierung nur in einem Bereich der erstem 4mm des Thermoelementes vorhanden war und ab diesem Bereich keine Kontaminierung mehr feststellbar war. Dadurch wurde beim Zweiten Zyklus jedes Thermoelement vor den Versuchen um ungefähr 5mm gekürzt.

Fließkurven

Die Fließkurven zeigen zu Beginn eine Verfestigung bis zum Erreichen der maximalen Peakspannung und anschließend ein Abfall der Spannung, welcher auf einen Entfestigungsprozess wie Schädigung, dynamischen Phasenumwandlung, dynamische Rekristallisation und dynamische Erholung zurückgeführt werden kann. Jedoch wurde dieses eigentlich charakteristische Verhalten nicht bei allen Kurven festgestellt. Bei einigen Kurven wurde keine Entfestigung ersichtlich, sondern ein weiterer leichter Anstieg der Spannung bis zum Versuchsende. Die Verfestigung kann auf die Bildung einer festeren Phase (z.B. $\gamma \rightarrow \alpha$) oder auf Ausscheidungen zurückzuführen sein.

Korrelation der m-Karten mittels der Metallographie

Die m-Karten Ergebnisse wurden mit der Metallographie einiger verformten Proben korreliert. Die m-Karten für den Ersten Zyklus bei einer Haltezeit von 10s und einer Dehnung von 0.4 und 0.6, zeigten Schädigung in Form von Scherbändern, Rissen und Poren für niedrigen Temperaturbereich und hohen Dehnraten. Dieses Ergebnis konnte jedoch nicht bei allen Proben bestätigt werden. Vor allem im Bereich der Mitte der Proben, wurde bei diesen Versuchsparametern nicht immer Schädigung gefunden. Bei Proben bei denen Schädigung gefunden wurde, war hauptsächlich am Rand der Proben Schädigung zu sehen. Zusätzlich konnten Makrorisse im ausgebauchten Probenbereich detektiert werden, welche parallel zur Verformungsachse verlaufen. Diese sind auf die vorherrschenden Zugspannungen während der Verformung zurückzuführen. Es wurden auch bei 1280-1320°C/1s⁻¹, 1140°C-1180°C/0.005s⁻¹ Schädigung gefunden, jedoch nicht bei allen Proben und vorwiegend am Rand der Proben. Der hohe Temperaturbereich und die niedrigen Dehnraten zeigten vorwiegend Kriechporen in der Mitte der verformten Proben.

Die m-Karten für den Ersten Zyklus bei einer Haltezeit von 60s und einer Dehnung von 0.4 und 0.6, zeigten im Vergleich zu den m-Karten bei 10s keinen großen Unterschied.

Beim Zweiten Zyklus, waren in den m-Karten die Schädigungsbereiche im Vergleich zum Ersten Zyklus kleiner. Bei einer Dehnung von 0.6 wurde Schädigung in dem niedrigen Temperaturbereich für schnelle und langsame Dehnraten ersichtlich. Bei einer Dehnung von 0.8 war nur bei 1140°C/1s⁻¹ ein Schädigungsbereich erkennbar. Bei allen anderen Versuchsparametern wurden vor allem am Rand der Proben, Poren gefunden.

Zusammengefasst kann gesagt werden, dass die Ergebnisse der m-Karten mit den Ergebnissen aus der Metallographie, vor allem bei niedrigen Temperaturen und schnellen Dehnraten und auch bei hohen Temperaturen mit langsamen Dehnraten großteils bestätigt werden konnte. Jedoch stimmten nicht bei allen untersuchten Proben die Ergebnisse der m-Karten mit den Ergebnissen aus der Metallographie überein.

7. Ausblick

Die Ergebnisse aus der Schädigungsanalyse, zeigten hauptsächlich Schädigung, bei niederen Temperaturen und schnellen Dehnraten. Poren (wedge cracks) und Mikrorisse sind dabei in erster Linie am Rand der Proben gefunden worden und in der Mitte der Proben waren Poren die hauptsächliche Schädigung. Die Schädigung, die durch die m-Karten errechnet worden ist, konnte somit nicht immer bestätigt werden. Die metallographische Untersuchung Proben wurde mittels der Lichtmikroskop durchgeführt. Jedoch ist das Auflösungsvermögen eines Lichtmikroskopes beschränkt und somit die exakte Beurteilung einer Schädigung nicht immer möglich. Daher sollten in Zukunft, die Untersuchungen wo keine exakte Beurteilung der Schädigung möglich ist mit der EBSD-Technik (electron backscatter diffraction) im Rasterelektronenmikroskop durchgeführt werden. Diese Methode erlaubt die Bestimmung der Kornorientierungen und Kristallstrukturen, welche in Zusammenhang mit der Schädigung gut analysiert werden können. Eine weitere Methode für die Schädigungsanalyse ist FEG-SEM mit Inlens-Detektor für die Charakterisierung der Ausscheidungen und Poren. Vor allem Proben, bei denen durch die Ergebnisse der m-Karten Schädigung vorhanden sein sollte, wäre eine exakte Untersuchung im REM oder FEG-SEM zu empfehlen. Da eine exakte Beurteilung für Mikroschädigungen wie Kriechporen oder auch Ausscheidungen mit dem Lichtmikroskop nicht möglich ist, wäre die Beurteilung der Korrelation zwischen m-Karten und Metallographie bei einer Untersuchung im REM eindeutiger und genauer.

Eine weitere Analysemethode wäre die Röntgen-Computertomographie, welche eine dreidimensionale und zerstörungsfreie Vermessung der Schädigung (Risse und Poren) und Inhomogenitäten ermöglicht. Zusätzlich ist die Entwicklung eines physikalischen Modells für die Beschreibung der Schädigung in Abhängigkeit der Parameter wie Temperatur, Dehnrate und Dehnung von großem Vorteil. Dieses Modell kann in weiterer Folge in die FEM Methoden implementiert werden und anhand dieses können Simulationen durchgeführt werden, welche zu einer Zeit- und Kostenersparnis führen. Das Ziel ist die Korrelation des Schädigungsmodells mit den Instabilitätsmappen und Metallographie der verformten Proben.

8. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Einfluss von Legierungselementen in Titanaluminid-Legierungen [] Abbildung 2: Spezifische Festigkeit über Temperatur verschiedener Strukturwerkstof [12]	9 fe 9
Abbildung 3: Binäres Ti-Al Phasendiagramm mit den intermetallischen Phasen γ-TiA und α_2 -Ti ₃ Al, sowie der α-Ti Phase, der β-Ti Phase und der B ₂ -Ti Phase [] Abbildung 4: Phasendiagramm und Gefügestruktur einer γ-TiAl Legierung (43-50 at.9 bei unterschiedlicher Wärmebehandlung: (a) Volllamellares Gefüge. (b) Großteils	l 10 %)
Lamellares Gefüge, (c) Globulares Gefüge (d) Duplex Gefüge [] Abbildung 5: Herstellungsprozess von Titanaluminiden (VAR-Prozesses (Vacuum arc remelting) und isothermer Schmiedeprozess) []	11 c 14
Abbildung 6: Herstellungsverfahren für γ-TiAl – IM: Ingotmetallurgie, PM: Pulvermetallurgie, HIP: Heißisostatisches Pressen, DB: Diffusion bonding, SPF:	
Superplastische Formgebung, NNS: Near-Net Shape [] Abbildung 7: Abhängigkeit der Fließspannung von Verformungsgrad,	. 15
Verformungsgeschwindigkeit und Verformungstemperatur [,] Abbildung 8: Fließkurven bei konstanter Versuchstemperatur mit unterschiedlichen	. 16
Dehnraten [] Abbildung 9: Schematische Darstellung von Annihilation von Versetzungen [] Abbildung 10: Schematische Darstellung von Polygonisation bei der dynamischen	. 16 18
Erholung [18] Abbildung 11: Zusammenstellung von Versetzungsbewegungen und Auswirkungen [. 18 [18] _ 19
Abbildung 12: Entfestigungsmechanismen statisch/dynamisch [20]Abbildung 13: Ausbildung einer Halskettenstruktur bei der dynamischen	. 20
Rekristallisation; (a)-(c) Ausbildung einer feinen Kornstruktur (hohe Fließspannunger (d) grobe Kornstruktur (niedere Fließspannungen) []	ו); 21
Abbildung 14: Darstellung der drei Schritten der duktilen Schädigung []	23 24
Abbildung 16: m-Karte für die Magnesium Legierung Mg-4Al-2Ba-2Ca bei einer wahr Dehnung von 0.3 [15]	ren 25
Abbildung 17: Abmessungen und Probengeometrie für die Stauchversuche	. 26
Abbildung 19: Gleeble®3800 Abbildung 20: Versuchsanordnung in der Probenkammer	. 28 . 30
Abbildung 21: Anordnung der Graphit- Molybdänplättchen bei der Versuchsdurchführung	30
Abbildung 22 : Temperatur-Zeit Verlauf des Ersten . Zykluses für Verformungstemperaturen (a) 1140-1260°C, (b) 1300°C und (c) 1340°C	32

Abbildung 23: Temperatur-Zeit Verlauf des Zweiten-Zvkluses für
Verformungstemperaturen (a) 1140-1260°C, (b) 1300°C und (c) 1340°C
Abbildung 24: Punktschweißgerät
Abbildung 25: Probe mit angeschweißten Thermoelementen
Abbildung 26: WC-Stempel mit Verschleißerscheinungen
Abbildung 27: Temperatur-Zeitverlauf der Ersten Vergleichsmessung zwischen einem
neuen Thermoelement vom Tvp K und Tvp S
Abbildung 28: Temperaturunterschied bei der Ersten Vergleichsmessung zwischen
einem neuen Thermoelement vom Tvp K und S
Abbildung 29: Temperatur-Zeitverlauf der Zweiten Vergleichsmessung zwischen einem
neuen Thermoelement Typ K und dem bereits verwendeten Thermoelement Typ S von
der Ersten Vergleichsmessung
Abbildung 30: Temperaturunterschied bei der Zweiten Vergleichsmessung zwischen
einem neuen Thermoelement Typ K und dem bereits verwendeten Thermoelement Typ
S von der Ersten Vergleichsmessung
Abbildung 31: Temperatur-Zeitverlauf der Dritten Vergleichsmessung zwischen einem
neuen Thermoelement Typ K und dem bereits zweimal verwendeten Thermoelement
Typ S von der Zweiten Vergleichsmessung
Abbildung 32: Temperaturunterschied bei der Dritten Vergleichsmessung zwischen
einem neuen Thermoelement Typ K und dem bereits zweimal verwendeten
Thermoelement Typ S von der Zweiten Vergleichsmessung
Abbildung 33: EDX-Spektrum der Spitzenoberfläche der kontaminierten
Thermoelemente mit einem Al-Peak (grüner Pfeil)
Abbildung 34: Bereich der EDX-Messung am kontaminierten Thermoelement
Abbildung 35: EDX-Spektrum im Bereich außerhalb der Spitzenoberfläche kein Al-Peak
vorhanden
Abbildung 36: Darstellung der Schnittebene für die Schliffherstellung
Abbildung 37: Bereiche der metallographischen Untersuchung
Abbildung 38: Lieferzustand der TNM- Probe – LIMI (a)-(b), REM (c)-(d)
Abbildung 39: Fließkurven der nominalen TNM Legierung bei verschiedenen
Temperaturen, Dehnraten und zwei unterschiedlichen Haltezeiten
Abbildung 40: Temperaturanstieg in Abhängigkeit der Temperatur für die verschiedene
Dehnraten und für die zwei Haltezeiten (a) 10s und (b) 60s
Abbildung 41: Darstellung für den Temperaturanstieg während der Verformung des
Ersten Zykluses
Abbildung 42: Entfestigungsparameter Δσ/σmax gegen die Verformungstemperaturen
für die verschiedenen Dehnraten und die zwei Haltezeiten (a) 10s und (b) 60s 51
Abbildung 43: Entfestigungs-Mappen für den Ersten Zyklus für die Haltezeit (a) 10s und
()b 60s

Abbildung 44: Maximale Peakspannung als Funktion der Temperatur für verschiedene
Abbildung 45: DEM Aufgehren im DEE Medue der wärmebehendelten Brehen (Mitte)
Abbildung 45. REM-Aumanmen im BSE-modus der Warmebenandenen Proben (Mille)
(a) $1340 \text{ C}/60\text{s}$, (b) $1340 \text{ C}/10\text{s}$, (c) $1300 \text{ C}/60\text{s}$, (d) $1300 \text{ C}/10\text{s}$, (e) $1200 \text{ C}/60\text{s}$, (i) $1200 \text{ C}/60$
$1260^{\circ}C/10S$, (g) $1220^{\circ}C/60S$, (n) $1220^{\circ}C/10S$ (l) $1180^{\circ}C/60S$, (j) $1180^{\circ}C/10S$, (l) $1440^{\circ}C/10S$, (l) $1440^{\circ}C/10S$, (l) $1180^{\circ}C/10S$, (l) 1180°
(K) 1140°C/60S und (I) 1140°C/10S [7]
Abbildung 46: REM-Aumanmen der gestauchten Proben (Mitte) hach
Uniform temperaturen und Dennraten (a) 1140° C/60s/1s , (b) 1140° C/60s/0.1s ,.(c)
1140°C/605/0.055° Und (d) 1140°C/605/0.0055° [7]
Abbildung 47: m-Karten für eine Haitezeit von 10s und einer Dennung von (a) 0.4 und
(D) 0.6
Abbildung 48: m-Karten für eine Haltezeit von 60s und einer Dennung von (a) 0.4 und
(b) 0.6
Abbildung 49: LIMI Bilder der verformten Proben bei (a) 1140° C/1s ⁻¹ , (b)
1140°C/0.005s ⁻ , (c) 1220°C/0.005s ⁻ und (d) 1300°C/0.005s ⁻
Abbildung 50: Gefugebilder der verformten Probe bei 1140°C (a)-(b) Risse am Rand der
Probe und (c)-innerhalb (d) außerhalb des Scherbandes
Abbildung 51: Wahre Fließkurven vom Zweiten Zyklus für die fühf Dehnraten und sechs
Temperaturen
Abbildung 52: Temperaturanstieg während der Verformung vom Zweiten Zyklus 63
Abbildung 53: Darstellung für den Temperaturanstieg während der Verformung des
Zweiten Zykluses
Abbildung 54: Relative Entfestigung beim Zweiten-Zykluses
Abbildung 55: Entfestigungs-Mappen für den Zweiten Zyklus
Abbildung 56: Maximale Peakspannung beim Zweiten Zyklus
Abbildung 57: Lichtmikroskopiebilder der verformten Proben bei (a)1140°C/1s ⁻¹ ,
(b)1220°C/1s ⁻¹ , und (c)1220°C/0.005s ⁻¹ 67
Abbildung 58: m-Karten für den Zweiten-Zyklus bei einer Dehnung von (a) 0.6 und (b)
0.8
Abbildung 59: Stereobilder von verformten Proben mit und ohne äußere Schädigung (a)
1180°C/1s ⁻¹ und (b) 1340°C/1s ⁻¹
Abbildung 60: Lichtmikroskopiebilder der verformten Proben bei 1220°C/1s ⁻¹ (a),
1140°C/1s ⁻¹ (b)-(d)

9. Tabellenverzeichnis

Tabelle.1: Zusammenfassung der vier wichtigen Gefügestrukturen bei gezielter	
Wärmebehandlung [8]	. 13
Tabelle 2: Unterschied zwischen dem Basic-System und dem Erweiterungssystem	
(Hydrawedge II) der Gleeble®3800 [26, 27]	. 29
Tabelle 3: Versuchsparameter für Ersten und Zweiten Zyklus	. 31
Tabelle 4: Parameter beim plan- und feinschleifen (im Probenhalter)	. 44
Tabelle 5: Parameter beim elektrolytischen Ätzen	. 44

10. Literaturverzeichnis

[1] Clemens, H. und Mayer, S. 2011. Intermetallisches Titanaluminid – Ein innovativer
Leichtbauwerkstoff für Hochtemperaturanwendungen. Berg- und Hüttenmännische
Monatshefte. 7,2011, Bd. 156, S. 255 – 260.

[2] Clemens, H. 2008. Intermetallische Werkstoffe fur Anwendungen in Automobil- und Flugzeugtriebwerken. Berg- und Huttenmannische Monatshefte. 9, 2008, Bd. 153.

[3] Appel, F. und Oehring, M. 2002. γ-Titanium Aluminide Alloys: Alloy Design and Properties.[Buchverf.] M. Peters und C. Leyens. Titanium and Titanium Alloys. Weinheim : Wiley-VCH, 2002.

[4] Knippscheer, S. und Frommeyer, G. 2006. Neu entwickelte TiAl-Basislegierungen für den Leichtbau von Triebwerks- und Motorkomponenten-Eigenschaften, Herstellung, Anwendung. Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 9, 2006, Bd. 37.

[5] Clemens, H. und Mayer, Intermetallische γ-Titanaluminid-Basislegierungen aus metallographischer Sicht-eine Fortsetzung, Practical Metallography: Vol. 48, No. 2, pp. 64-100.

[6] Stefan Herter, Spanbildung und Randzonenbeeinflussung beim Drehen intermetallischer Titanaluminide, Fakultät V - Verkehrs- und Maschinensysteme der Technischen Universität Berlin, Berlin 2010

[7] Margret Kreimer, Warmumformung von TNM-Legierungen, Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik, Technische Universität Graz Fakultät für Maschinenbau und Wirtschaftswissenschaften, November 2012

[8] Dipl. Ing. Harald F. Chladil, Entwicklung und Charakterisierung von hoch Niobhaltigen γ-Titanaluminid Legierungen, Montanuniversität Leoben, Februar 2007

[9] Andrea Gaitzenauer, Martin Müller, Helmut Clemens, Patrick Voigt, Robert Hempel, Svea Mayer, Eigenschaftsoptimiertes Warmumformen einer intermetallischen Titanaluminid-Legierung, Department Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben, Österreich, online publiziert am 31. August 2012

[10] H.F.Chladil, H. Clemens, A. Otto, V. Güther, S. Kremmer, A. Bartels, R. Gerling, Charakterisierung einer β -erstarrenden γ -TiAl-Basislegierung, BHM, 151. Jg. (2006), Heft 9

[11] W. Smarsly, Titanaluminide als Leichtbauwerkstoff, Materialica Kongress, Innovativer Leichtbau mit Metall, 17.-18. Oktober 2007- München, MTU Aero Engines GmbH, München, Germany

[12] Dennis Peter, Mechanische und mikrostrukturelle Untersuchungen zum ein- und zweiachsigen Krieverhalten hoch-niobhaltiger γ-TiAl-Legierungen, Fakultät für Maschinenbau der Ruhr-Universität Bochum, 2010

[13] Skript Werkstoffmodelle in der Umformtechnik, SS 2009

[14] Eckart Doege, Bernd-Arno Behrens, Handbuch Umformtechnik, Grundlagen, Technologien, Maschinen 2. bearbeitete Auflage [15] Martina Dikovits, Study of the hot deformation behaviour of metal-based alloys under consideration of processing maps, Institute for Materials Science and Welding, TU Graz, 2014

[16] Felix Walentowicz, Stefan Oehler, Statische Erholung in metallischen Werkstoffen,
TU Berlin – HVAT Metalle – Sommersemester 2009,
http://tuwewi.files.wordpress.com/2009/07/stat_erholung.pdf (letzer Zugriff 15.04.2014)

[17] Dr. Roman PSCHERA, Univ.-Prof. Dr. Christof SOMMITSCH, Grundlagen der Plastizität, Plastizität, Ur- und Umformprozesse, LV-Nr.: 303.204, SS2010, Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik, TU Graz

[18] Wolfgang Bergmann, Werkstofftechnik 1, Struktureller Aufbau von Werkstoffen-Metallische Werkstoffe-Polymerwerkstoffe-Nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe, 7. Neu bearbeitete Auflage, Hanser

[19] Silke Haselmayr, Materialwissenschaft. Praktikum, Erholung und Rekristallisation von Aluminium, Theorie und Versuchsanleitung, Institut für Physik, Universität Augsburg, 1997

[20] Günter Spur, Handbuch Umformen, Carl Hanser Verlag GmbH Co KG, 8.11.2012

[21] Dipl.-Ing. Christof Sommitsch, Theorie und Modell der mikrostrukturellen Entwicklung von Nickel-Basis-Legierungen während des Warmwalzens, Die virtuelle Walzstraße,Institut für Werkstoffkunde, Schweißtechnik und Spanlose Formgebung, Mai 1999

[22] Dipl.-Phys. Günter Bernauer, Einsatz mikromechanischer Schädigungsmodelle im spröd-duktilen Übergangsbereich, Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe,8. Juli 1997

[23] Dipl.-Ing. Marcel Springmann, Identifikation von Materialparametern schädigungsmechanischer Gesetze unter Einbeziehung der Dehnungslokalisierung, Fakultät für Maschinenbau, Verfahrens- und Energietechnik der Technischen Universität Bergakademie Freiberg, 13. Mai 2005

[24] Schädigung mehrphasiger duktiler Materialien, http:// www.iam.rwthaachen.de/forschung/festkoerper-undstrukturmechanik/materialschaedigung/schaedigung-mehrphasiger-duktilermaterialien.html (letzer Zugriff 15.04.2014)

[25] Dipl.-Ing. Lutz Krüger, Untersuchungen zum Festigkeits-, Verformungs- und Versagensverhalten der Legierung Ti-6-22-22S in Abhängigkeit von der Temperatur, der Dehngeschwindigkeit und dem Spannungszustand, Fakultät für Maschinenbau und Verfahrenstechnik der Technischen Universität Chemnitz, 26.02.2001

[26]http://www.metalforming.at/index.php/de/institut/ausstattung/item/thermomechanisc hes-pruefsystem-gleeble-3800 (letzter Aufruf am: 25.Juli 2013)

[27] DSI (Dynamic Systems Inc.), "Gleeble Users Training 2013", Gleeble Systems and Applications, in: Seite 9, 18, 16 (2013)

[28] J. Seeger, J. Klein, H. Mecking, Colour metallography of the intermetallic phases γ -TiAl und α 2-Ti3Al, Praktische Metallographie, 27 (1990) 236–241